

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS
Departamento de Física de Materiales



TESIS DOCTORAL

**Efectos mesoscópicos y longitudes características en sistemas
superconductores**

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR

PRESENTADA POR

Javier del Valle Granda

Directores

José Luis Vicent López
Elvira María González Herrera

Madrid, 2016

Efectos mesoscópicos y longitudes características en sistemas superconductores



**UNIVERSIDAD
COMPLUTENSE**
MADRID

Javier del Valle Granda

Tesis doctoral, 2015

Departamento de Física de Materiales

Facultad de Ciencias Físicas

Dirigida por:

Jose Luis Vicent López

Elvira María González Herrera

Agradecimientos

En esta tesis se ha realizado en el departamento de Física de Materiales de la UCM entre los años 2011 y 2015.

Me gustaría agradecer en primer lugar a todos los miembros del Departamento de Física de Materiales por la ayuda prestada de una u otra manera durante estos años. Agradezco especialmente a los directores Fernando Sols y Miguel Ángel González; y al técnico Carlos Romero por su gran ayuda y siempre buena disposición para ayudar en lo que haga falta.

Doy las gracias también al técnico del CAI de Técnicas Físicas, Julio Romero. No sólo por las medidas de SQUID, sino también por su gran ayuda con el sistema de recuperación de Helio estos años.

Durante estos 4 años he pasado muchas horas en el despacho, y afortunadamente bien acompañado. Quisiera agradecer a Juanra, Manu y Jesús por los profundos debates sobre la persona de José Mourinho a la hora de comer; a Teresa, Bea, Iñaki y Cristian por estar siempre burlaos; y al resto de becarios del departamento (no me olvido de los que ya se han ido) por tantos buenos momentos.

También han sido muchas las horas que he pasado en la sala blanca. Agradezco a los miembros del grupo del profesor Jacobo Santamaría, especialmente Mirko, Alberto y Ana, por la gran ayuda prestada durante estos años en los diversos problemas que ha habido en la sala, así como por la buena compañía que me han hecho.

También quiero agradecer a los doctores Manuel Rodríguez y Daniel Granados, del IMDEA Nanociencia. Gracias a su incansable trabajo, en estos cuatro años he visto surgir de la nada un centro de nanofabricación con prestaciones de primer nivel. Quiero darles las gracias tanto por la puesta a punto de tantos y tantos equipos, como por la calidad de su trabajo y buena disposición en las colaboraciones que hemos tenido durante esta tesis. Que sea por muchos años.

Agradezco también al grupo del profesor Jose María Alameda de la Universidad de Oviedo, por las medidas de MFM y por la buena acogida durante esos días. Doy las gracias especialmente a los profesores María Vélez y Jose Ignacio Martín, por el apoyo y la ayuda que me han brindado en diversas ocasiones durante estos últimos años.

Sin duda las personas con las que más se interactúa durante la tesis son los miembros del grupo de investigación. He tenido suerte de contar con unos excelentes compañeros de Laboratorio.

Agradezco profundamente a Alicia por todo lo que ha hecho por mí, no dudó en dedicarme gran parte de su tiempo en enseñarme lo que había aprendido. Fue una maestra extraordinaria, y una persona trabajadora y diligente con la que da gusto trabajar, además de una gran amiga. Quiero acordarme también de Luis, probablemente la persona con la que he pasado más horas en esta tesis: hemos compartido infinidad de trasvases, horas de medida y discusiones de física (y economía). Aunque nuestros caminos profesionales se separen, de esta tesis me llevo un gran amigo.

Lo mismo puedo decir de Fernando, ha sido una ayuda fundamental en esta segunda mitad de la tesis, además de consentir que de manera continuada e impune le golpee, luxe y proyecte. Y aunque estuvo poco tiempo, quiero dar las gracias a Jorge por los buenos momentos y enseñarme el significado del RRV. A David y Elena quiero agradecerles por las múltiples veces que me ha ayudado durante estos años, siempre disponibles para lo que fuera; y a Víctor le deseo toda la suerte en la tesis que ahora comienza.

Por último, quiero expresar mi profundo agradecimiento y reconocimiento a mis directores de tesis: Elvira y Jose Luis. Su trabajo como formadores es excelente. Me he sentido afortunado de haber aprendido y usado una gran cantidad de técnicas experimentales. Hacer la tesis en este grupo implica tener que trabajar en cada una de las fases del trabajo de investigador, eso incluye desde soldar tubos hasta discutir con los referees. Agradezco y valoro enormemente esta formación integral que creo haber adquirido en estos cuatro años trabajando en el grupo, a la par que reconozco el gran esfuerzo de mis directores para que generaciones futuras de doctorandos tengan acceso a las mismas oportunidades.

Quiero agradecer también a todas las personas externas al mundo de la investigación que me han ayudado de forma indirecta todos estos años.

Por ejemplo a todas esas personas que conocí cuando llegué a Madrid en 2008, con ellos he pasado muy buenos momentos. En barco, con monóculo o encordados habéis hecho que estos 7 años hayan volado. Quiero acordarme también de mis amigos de Oviedo: Romero, Kléver, Sergio, Varela,...lleváis ahí toda la vida y no ha sido menos estos años en los que cada ALSA a Asturias o a ver jugar al Oviedín valía mucho la pena.

Lo mismo es aplicable para mis hermanos, con los que he pasado días memorables en los últimos años: David, Pablo, Rubén, Hugo, Gabriel, Eva, Víctor y Kike, gracias a los ocho.

Quiero dar las gracias a Cris, a mi tía Eva y a Segundo, que, de una manera u otra me han ayudado durante este periodo; y de manera especial a Jesús, por tantas y tantas cosas.

A Michelle le debo mucho de este periodo, y no solo la mejora de mi inglés. Juntos hemos compartido muchísimos buenos momentos durante nuestras tesis. Ha sido la mejor compañía que podía tener y un apoyo fundamental en los momentos difíciles: He sido un privilegiado y espero seguir siéndolo por mucho tiempo.

Y por supuesto, debo muchísimo a mis padres. Si he llegado a este punto es por ellos. Por su manera de educarme, por los valores que me han inculcado y por las oportunidades que me han brindado y que ellos no tuvieron. Han sido un apoyo continuo toda mi vida y un ejemplo de trabajo incansable, de emprendimiento y de trato al prójimo. Un espejo donde mirarse. Gracias.

Quiero terminar acordándome de los que ya no están aquí, de mis güelos Virginia y David; y mi güelu Elías, al que tendré siempre como un modelo de trabajo, constancia y humanidad.

Índice	i
Resumen en español	v
Resumen en inglés	viii
1. Introducción	1
1.1. Introducción a la superconductividad	1
1.1.1. Descubrimiento y primeras observaciones	1
1.1.2. Teoría de Ginzburg-Landau	3
1.1.3. Teoría BCS y descripción microscópica	8
1.1.4. Superconductividad de alta temperatura	9
1.2. Dinámica de vórtices	10
1.2.1. Vórtices y disipación	10
1.2.2. Mecanismos de anclaje	11
1.2.3. Nanoestructuración y control de la dinámica de vórtices	13
1.3. Planteamiento de la tesis	16
Referencias	18
2. Métodos experimentales	20
2.1. Técnicas de fabricación	20
2.1.1. Pulverización catódica tipo magnetrón	22
2.1.2. Litografía por haz de electrones	24
2.1.3. Litografía óptica	26
2.1.4. Ataque por iones reactivos	27
2.2. Licuación de He y N ₂	28
2.2.1. Recuperación del He	28
2.2.2. Ciclos de refrigeración	30
2.2.3. Purificación y licuación del He	33
2.2.4. Licuación de N ₂	34
2.3. Medidas de transporte a bajas temperaturas	34
2.3.1. Criostato	34
2.3.2. Transferencia del Helio líquido	37
2.3.3. Proceso de medida y adquisición de datos	38

2.4. Caracterización magnética.....	41
2.4.1. SQUID.....	41
2.4.2. Microscopía de fuerzas magnética.....	41
2.4.3. Object Oriented Micromagnetic Framework (OOMMF).....	44
2.5. Caracterización estructural.....	45
2.5.1. Difracción de rayos X.....	45
2.5.2. Reflectometría de rayos X.....	46
3. Dinámica de vórtices en superconductores laminares.....	48
3.1. Introducción.....	48
3.2. Superconductores anisótropos.....	51
3.3. Dependencia de I_c con θ	56
3.4. Estado dinámico para H e I paralelos.....	64
3.5. Conclusiones.....	74
Referencias.....	74
4. Mecanismos de <i>pinning</i> y longitudes características en sistemas con potenciales periódicos de anclaje.....	79
4.1. Introducción.....	79
4.2. Longitud coherente y potenciales mesoscópicos: propiedades de transporte eléctrico cerca de T_c	80
4.2.1. Efecto Little-Parks.....	82
4.2.2. Oscilaciones de resistencia en películas nanoestructuradas: SWN vs pinning.....	83
4.2.3. Efecto de la corrugación.....	87
4.2.4. Efecto del campo de fugas.....	90
4.3. Longitud de penetración y potenciales mesoscópicos: anclaje de vórtices intersticiales.....	95
4.3.1. Descripción de las muestras.....	96
4.3.2. <i>Pinning</i> de vórtices individuales.....	97
4.3.3. <i>Pinning</i> de vórtices intersticiales.....	100

4.4. Efectos de memoria y <i>pinning</i> variable.....	107
4.5. Conclusiones.....	111
Referencias.....	112
5. Longitudes de correlación y transiciones de fase en el estado mixto: efecto de potenciales artificiales de anclaje.....	116
5.1. Introducción.....	116
5.1.1. Vidrio de vórtices.....	117
5.1.2. Líquido de vórtices.....	119
5.1.3. Activación térmica y disipación en el vidrio de vórtices.....	120
5.2. Transición vidrio-líquido.....	122
5.2.1. Observación de la transición.....	122
5.2.2. Escalado de los datos y exponentes críticos.....	124
5.3. Inducción de una fase esméctica.....	130
5.3.1. Muestras rectangulares.....	132
5.3.2. Muestra de dots con orden esméctico.....	141
5.4. Orden y fase esméctica.....	144
5.5. Conclusiones.....	148
Referencias.....	149
6. Potenciales periódicos asimétricos y redes vórtice-antivórtice.....	152
6.1. Introducción.....	152
6.1.1. Efecto <i>Ratchet</i>	154
6.1.2. Superconductividad inducida por el campo.....	156
6.2. Pares vórtice-antivórtice y propiedades de transporte...158	
6.2.1. Propiedades de transporte.....	158
6.2.2. Campo de fugas y pares V-AV.....	163
6.3. Dependencia del <i>ratchet</i> con H: aplicación como sensor de campo.....	166

6.4. Dependencia del <i>ratchet</i> y el efecto de conmensurabilidad con el estado magnético: aplicación como memoria de 3 estados.....	171
6.4.1. Dependencia del efecto <i>ratchet</i> con el estado magnético.....	171
6.4.2. Orden y efecto de conmensurabilidad.....	174
6.5. Conclusiones.....	176
Referencias.....	177
7. Conclusiones.....	179
Publicaciones.....	183

Resumen

Efectos mesoscópicos y longitudes características en sistemas superconductores

En esta tesis se han estudiado varios efectos en el estado mixto de superconductores, cuando están en el régimen mesoscópico. Es decir, cuando el superconductor está nanoestructurado con tamaños comparables a las longitudes físicas características del superconductor: la longitud coherente y la longitud de penetración. Se han utilizado dos tipos de superconductores y dos modos de introducir la nanoestructuración. Se han utilizado monocristales superconductores laminares, que están nanoestructurados en sí mismos; y películas delgadas superconductoras, en las que se han introducido artificialmente patrones de defectos no superconductores de los tamaños adecuados para poder tener efectos mesoscópicos.

Para esto último se han crecido y nanoestructurado películas superconductoras mediante diversas técnicas de micro y nanofabricación (como pulverización catódica, litografía por haz de electrones, litografía óptica o ataque por iones reactivos) con el fin de generar potenciales artificiales de anclaje de vórtices. De esta manera se han estudiado diversos fenómenos de competencia entre superconductividad, magnetismo, geometría y longitudes características.

Se ha estudiado la dinámica de vórtices mediante medidas de transporte eléctrico a bajas temperaturas y altos campos magnéticos. Para ello se ha usado un criostato de helio líquido de flujo continuo que permite variar la temperatura de la muestra entre 1.3 K y 300 K, con una bobina superconductora con capacidad de aplicar un campo magnético de 9T; un sistema de recuperación y licuefacción del helio; y un licuefactor de nitrógeno.

La tesis se ha centrado en los siguientes aspectos:

- Dinámica de vórtices en superconductores laminares: se ha estudiado la dinámica de vórtices en NbSe_2 , un superconductor anisótropo, donde se alternan a escala mesoscópica las capas superconductoras y no superconductoras, utilizando diversas configuraciones de medida que

permiten mover los vórtices de diferentes maneras. Mediante medidas V-I se ha estudiado la dependencia de la corriente crítica con el ángulo formado entre el campo magnético y las capas de NbSe₂. También se ha analizado el estado disipativo en configuraciones libres de fuerza, cuando H e I son paralelos, encontrándose una dependencia de V con I de tipo exponencial.

- Mecanismos de pinning y longitudes características: se han analizado los distintos mecanismos de anclaje, así como la competencia entre la geometría y las longitudes características.

Por un lado se ha estudiado la presencia de un régimen de red de hilos superconductores en películas con redes artificiales de centros de anclaje muy cerca de la temperatura crítica, cuando la longitud coherente se vuelve comparable a la distancia entre centros, así como el impacto de este régimen en las propiedades de transporte.

Por otro lado, se ha estudiado cómo el carácter magnético de estos centros de anclaje puede llevar a una reducción de la longitud de penetración efectiva, disminuyendo el anclaje de los vórtices intersticiales.

También se analizó la dinámica de vórtices con centros de anclaje que presentan irreversibilidad en sus propiedades magnéticas, observándose que esa irreversibilidad se refleja de manera directa en las propiedades eléctricas de la muestra.

- Fases de vórtices en superconductores nanoestructurados: se ha estudiado cómo la nanoestructuración puede afectar a las distintas fases de vórtices cerca de la temperatura crítica. Mediante medidas V-I se han observado las transiciones vidrio-líquido de vórtices en diferentes muestras con redes de dots de Cu. Se ha visto que la anisotropía en la red de dots puede inducir una fase esméctica de vórtices entre el vidrio y el líquido, que desaparece al aumentar el campo magnético.
- Redes de vórtices-antivórtices en potenciales de anclaje asimétricos: se han fabricado triángulos de multicapa de Co/Pd con anisotropía magnética fuera del plano, para generar campos de fuga suficientemente intensos como para crear pares vórtice-antivórtice en la película superconductora. La forma asimétrica de los triángulos permite observar efectos de rectificación sin campo magnético externo aplicado.
La polaridad e intensidad de este efecto puede controlarse aplicando un campo externo o cambiando el estado magnético de los triángulos, lo que hace a este sistema candidato para aplicaciones como sensor de campo o memoria de tres estados.

La tesis concluye con unas conclusiones, destacando los puntos más relevantes de la misma.

Abstract

Mesoscopic effects and characteristic lengths in superconducting systems

In this thesis, different effects have been studied in the mixed state of superconductors, when they are in a mesoscopic regime. That is, when the superconductor is nanostructured with typical sizes in the same scale that the characteristic lengths of the superconductor: the coherence and the penetration lengths. Two kind of superconductors, with two different ways to introduce nanostructuration have been used: layered superconducting monocrystals, which are nanostructured by their structure; and superconducting thin films, in which artificially generated non-superconducting defects have been embedded, with the proper size to generate mesoscopic effects.

For the last, superconducting thin films have been grown, and have been nanostructured by means of different micro and nanofabrication techniques (such as magnetron sputtering, electron beam lithography or reactive ion etching), to generate artificial vortex pinning potentials. This way, different phenomena derived from the competition of superconductivity, magnetism, geometry and characteristic lengths have been studied.

Vortex dynamics have been studied using electric transport measurements at low temperatures and high magnetic fields. For this purpose, a continuous flow liquid helium cryostat (which allows varying the temperature between 1.3 K and 300 K and has a superconducting solenoid capable of generate a 9T magnetic field), a helium recovery and liquefying system and a nitrogen liquefier have been used.

The thesis has been focused in the following topics:

- Vortex dynamics in laminar superconductors: vortex dynamics in NbSe₂ has been studied, an anisotropic superconductor in which superconducting and non-superconducting layers alternate at a mesoscopic scale. Different measurement configurations have been used to move the vortices in all different directions. Measuring V-I characteristics, the critical current dependence on the angle between the NbSe₂ layers and the magnetic field has been studied. The dissipative state in free force configurations, when H

and I are parallel has been also studied, finding that V depends exponentially on I .

- Pinning mechanisms and characteristics lengths: different pinning mechanisms have been analyzed, as well as the competition between geometry and characteristics lengths.

The existence of a superconducting wire network regime in superconducting films with artificial pinning centers has been studied very close to the critical temperature, when the coherence length becomes comparable to the distance between centers. The impact of this regime on the transport properties has been addressed.

It has also been analyzed how the magnetic character of these pinning centers can lead to an effective decrease of the penetration length, reducing the pinning of the interstitial vortices.

To complete the study of this part of the thesis, vortex dynamics in superconducting films with arrays of pinning centers with irreversible magnetic properties has been studied, concluding that electric transport properties directly reflect the magnetic irreversibility.

- Vortex phases in nanostructured superconductors: It has been analyzed how nanostructuring a superconducting thin film can affect the different vortex phases close to the critical temperature. By means of V - I curves, vortex glass-to-liquid transitions have been observed in different samples containing Cu dot arrays. It has been shown how anisotropy in the dot array can induced a vortex smectic phase in between the vortex glass and the liquid. This phase is suppressed at higher magnetic fields.
- Vortex-Antivortex lattices with asymmetric pinning potentials: Co/Pd multilayer triangles have been fabricated with a strong out of plane magnetic anisotropy in order to generate stray fields strong enough to induce vortex-antivortex pairs in the superconducting film. The asymmetry in the pinning potentials allows the observation of ratchet effects without an externally applied magnetic field.

Polarity and intensity of this effect can be tune applying an external magnetic field, or changing the magnetic state of the triangles, making this system an ideal candidate for a field sensor or a three state memory.

The thesis finishes with a summary and some conclusions, pointing out the most important results.

1

Introducción

1.1 Introducción a la superconductividad

1.1.1 Descubrimiento y primeras observaciones

Kamerlingh Onnes logró licuar el Helio gas por vez primera en 1908, permitiéndole disfrutar durante 15 años de un monopolio en la investigación de física de bajas temperaturas. Uno de los principales problemas a resolver era qué ocurría con la resistividad de los metales al acercarse a 0 K. En 1911, estudiando el mercurio, observó que la resistividad del mismo desaparecía abruptamente en torno a 4.19 K (Figura 1.1a) [1]. Observó que esto ocurría también en otros materiales como el plomo, y que era posible mantener corrientes en el material de manera indefinida sin necesidad de fuentes de alimentación. Este nuevo estado “superconductor” se destruía por encima de una temperatura crítica (T_c), o al aumentar el campo por encima de un campo crítico (H_c).

En 1933, Meissner y Ochsenfeld observaron que las líneas de campo eran expulsadas del superconductor al enfriar éste por debajo de su temperatura crítica. Al aplicar un campo, aparecen supercorrientes que generan una imanación en la dirección opuesta, anulando \vec{B} en el interior del superconductor y desviándolo por fuera: el material presentaba diamagnetismo perfecto por debajo de su temperatura crítica [2]. Éste efecto se observaba independientemente de que la muestra se enfriase en presencia del campo o que éste se aplicase una vez por debajo de T_c , lo que no podía ser explicado meramente por la ausencia de resistividad.

El efecto Meissner motivó en 1935 la primera descripción teórica de la superconductividad por los hermanos Fritz y Heinz London [3]. En su teoría, de carácter puramente fenomenológico, postularon dos ecuaciones:

$$\frac{\partial \vec{J}_s}{\partial t} = \frac{n_s e^2}{m} \vec{E}$$
$$\vec{\nabla} \times \vec{J}_s = \frac{n_s e^2}{\mu_0 m} \vec{B}$$

Siendo \vec{J}_s la densidad de corriente, \vec{E} el campo eléctrico, \vec{B} el campo magnético, n_s la densidad de electrones superconductores y m la masa de los mismos. La primera ecuación tiene en cuenta conductividad perfecta del superconductor. Combinándola con la segunda es posible ver que el campo magnético se apantalla exponencialmente al entrar en un superconductor, con una distancia característica conocida como longitud de penetración:

$$\lambda_L = \sqrt{\frac{m}{\mu_0 n_s e^2}}$$

Ese mismo año, Lev Shubnikov descubrió que al aumentar el campo, el diamagnetismo perfecto de los superconductores se destruía de dos maneras posibles [4]. Algunos materiales conocidos como superconductores de tipo I, presentaban diamagnetismo perfecto (susceptibilidad $\chi = -1$) que desaparecía totalmente por encima de un campo crítico. Los superconductores de tipo II, en cambio, mostraban una reducción gradual de su respuesta diamagnética a partir de un campo crítico inferior H_{C1} , desapareciendo totalmente para H_{C2} (Figura 1.1b). Entre H_{C1} y H_{C2} el flujo magnético no era expulsado completamente, sino que parte podía penetrar a través del superconductor en forma de filamentos, dentro de los cuales el material se encontraba en estado normal.

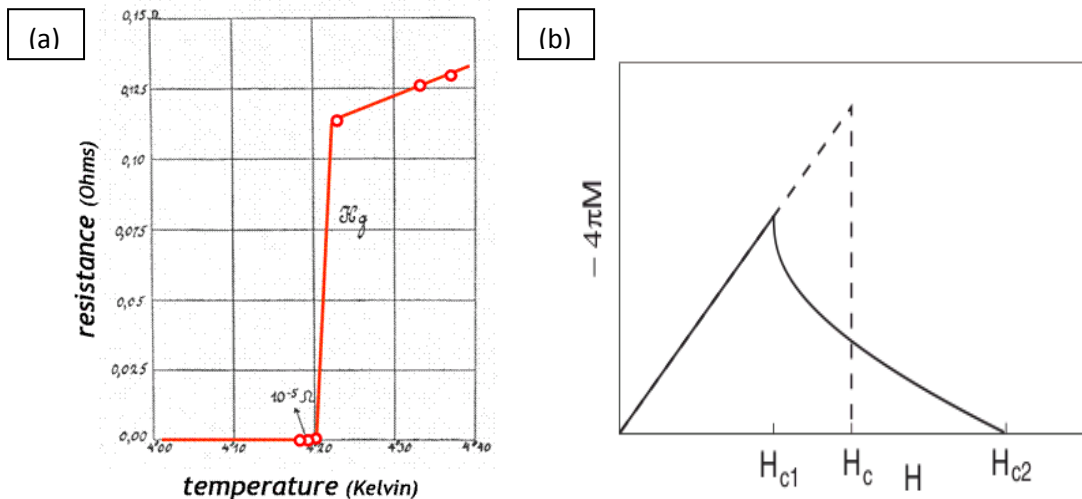


Figura 1.1. (a) Transición superconductora del mercurio observada por primera vez [1]. (b) Imanación vs H para un superconductor: de tipo I (línea discontinua) y de tipo II (línea continua)

1.1.2 Teoría de Ginzburg-Landau y vórtices superconductores

La teoría de Ginzburg-Landau (1950) supuso un gran avance para entender las propiedades magnéticas de los superconductores [5]. Las medidas de calor específico habían desvelado que la transición del estado normal al superconductor era de segundo orden. Usando las ideas de la reciente teoría de transiciones continuas de fase elaborada por el propio Landau, introdujeron un parámetro de orden complejo, correspondiente a una función de onda macroscópica:

$$\psi(r) = |\psi(r)|e^{i\varphi(r)}$$

cuyo módulo $|\psi(r)|$ es proporcional a la densidad de electrones superconductores. La energía libre del sistema, F , viene dada por:

$$F = F_N + \alpha |\psi(r)|^2 + \frac{\beta}{2} |\psi(r)|^4 + \frac{1}{2m^*} |(-i\hbar\vec{\nabla} - 2e^*\vec{A})\psi(r)|^2 + \frac{|\vec{B}(r)|^2}{2\mu_0}$$

Donde F_N es la energía libre del estado normal, m^* y e^* la masa y carga de los portadores de carga, y α y β dos parámetros que dependen de la temperatura. En el estado superconductor $\alpha < 0$ y $\beta > 0$, de tal manera que en ausencia de campo aplicado siempre existe un valor de $|\psi(r)|$ para el cual:

$$F_S - F_N = \alpha |\psi(r)|^2 + \frac{\beta}{2} |\psi(r)|^4 < 0$$

y por tanto al sistema le es energéticamente rentable estar en estado superconductor. A esta cantidad $F_N - F_S$ se le denomina energía de condensación.

A partir de la expresión de la energía libre se pueden obtener las ecuaciones de Ginzburg-Landau, de las que se puede calcular la distribución espacial del parámetro de orden $\psi(r)$, las supercorrientes $J_S(r)$ y el campo magnético $B(r)$. A pesar de ser totalmente fenomenológica, la validez de la teoría de Ginzburg-Landau como descripción termodinámica de la superconductividad se mantiene vigente y sigue usándose como herramienta fundamental, especialmente en dinámica de vórtices y sistemas superconductores mesoscópicos.

Cuantización del flujo:

Una de las consecuencias de la existencia de un parámetro de orden complejo es la cuantización del flujo. En el interior de un superconductor, lejos de cualquier superficie las supercorrientes son nulas [6], por lo que:

$$\vec{J}_S \propto \hbar\vec{\nabla}\varphi - e^*\vec{A} = 0$$

Puesto que el parámetro de orden ha de ser univaluado, una integral de línea cerrada dentro del superconductor ha de cumplir:

$$\oint (\hbar \vec{\nabla} \phi - e^* \vec{A}) \cdot d\vec{l} = 2\pi n - \oint e^* \vec{A} \cdot d\vec{l} = 2\hbar\pi n - \iint e^* \vec{B} \cdot d\vec{S} = 2\hbar\pi n - e^* \phi$$

Siendo ϕ el flujo magnético a lo largo de la superficie delimitada por el camino cerrado. De aquí se deriva que el flujo penetra en un superconductor de manera cuantizada [7]:

$$\phi = n \frac{h}{e^*} = n\phi_0$$

Donde ϕ_0 es el cuanto de flujo. Como se conoce ahora, los portadores de carga en el superconductor son los pares de Cooper, por lo que $e^* = 2e$ y:

$$\phi_0 = 2.07 \cdot 10^{-15} \text{ Wb}$$

Longitudes características:

De las ecuaciones de Ginzburg-Landau se puede derivar una longitud característica en la que se producen las variaciones espaciales del parámetro de orden. A esta importante longitud se le denomina longitud de coherencia y depende con la temperatura como:

$$\xi(T) = \frac{\xi(0)}{\sqrt{1 - T/T_c}}$$

divergiendo para T_c . De la misma manera se obtiene que los campos magnéticos penetran en el superconductor una longitud de penetración:

$$\lambda = \sqrt{\frac{m}{\mu_0 |\psi|^2 e^2}} \sim \frac{1}{\sqrt{1 - T/T_c}}$$

El parámetro de Ginzburg-Landau, κ , resulta del cociente entre estas dos longitudes características:

$$\kappa = \frac{\lambda}{\xi}$$

Superconductores en campos magnéticos:

Al aplicar un campo magnético aparecen supercorrientes que expulsan el flujo, protegiendo el estado superconductor. La creación de estas supercorrientes es un gasto de energía cinética, al que hay que sumarle el aumento de la energía magnética, cuya densidad evoluciona con $|\vec{B}|^2$. Si el campo magnético aumenta lo suficiente la expulsión del flujo tendrá un coste energético superior a la energía de condensación del estado superconductor, y ya no será rentable mantenerlo.

Para disminuir la energía del conjunto, el sistema permite la entrada de parte del flujo: de esta manera se rebaja la energía magnética y se reduce la energía cinética de las supercorrientes, pero a costa de romper la superconductividad en las zonas por las que se ha permitido entrar al campo. La forma en la que penetra el campo marca la diferencia entre superconductividad de tipo I y II.

La entrada del flujo en el superconductor crea paredes entre zonas superconductoras y no superconductoras. En 1957, Abrikosov calculó que, dependiendo del valor del parámetro de Ginzburg-Landau, la aparición de estas paredes tendrá un coste energético positivo o negativo, lo que divide a los superconductores en tipo I ($\kappa < 1/\sqrt{2}$) o II ($\kappa > 1/\sqrt{2}$) [8].

En materiales con κ baja, la depresión en el parámetro de orden se transmite a una distancia ξ mayor, con la correspondiente pérdida de energía de condensación. Puesto que para estos materiales λ es pequeño, tampoco se produce una gran disminución de la energía magnética. La existencia de estas paredes no rebaja la energía del sistema, y la energía de pared es positiva: la penetración del flujo a través de estos materiales no supone una ventaja desde el punto de vista energético (Figura 1.2a). Este caso descrito corresponde a un superconductor tipo I: al sobrepasar el campo crítico la superconductividad desaparece (Figura 1.2b).

Si por el contrario κ es alta, la energía de pared es negativa, pues permite una gran disminución de la energía magnética a costa de deprimir la superconductividad en un volumen menor. Estos materiales tenderán a crear más paredes, dejando pasar el flujo a su través lo más dividido posible. Abrikosov predijo que por encima de $H_{C1}(T)$, el campo magnético perforará el material a través de vórtices superconductores, cada uno de los cuales contiene el flujo mínimo permitido, ϕ_0 [8]. Este es el comportamiento observado en los superconductores de tipo II [6].

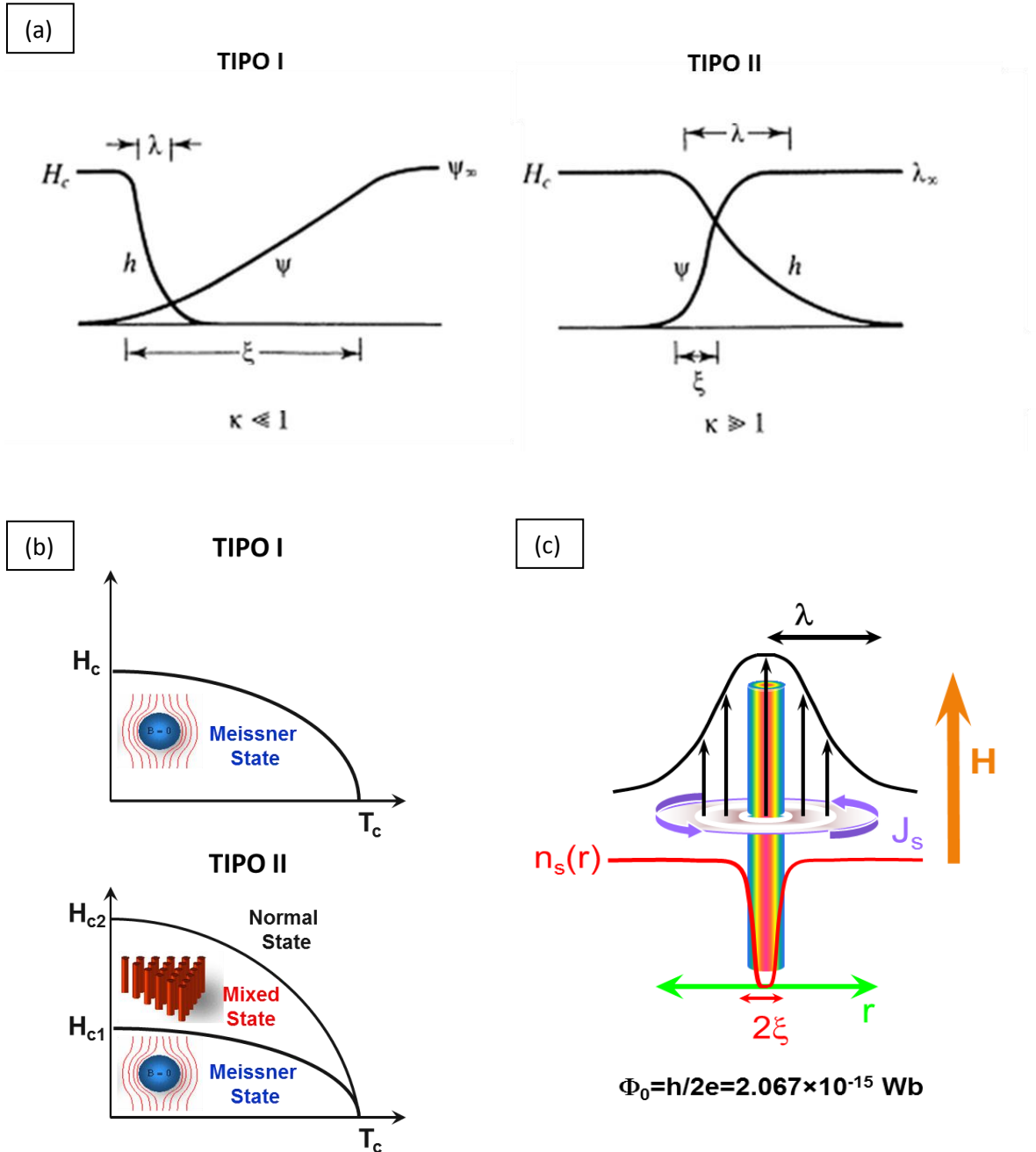


Figura 1.2. Representaciones esquemáticas de: (a) la variación de H y ψ en una interfase superconductor/normal para κ pequeño y grande, (b) el diagrama de fases de un superconductor tipo I y II, (c) la estructura de un vórtice superconductor

Así pues, los superconductores de tipo II exhiben un estado Meissner de expulsión total del campo hasta un primer campo crítico H_{c1} , a partir del cual el flujo comienza a entrar de manera cuantizada en su interior a través de vórtices superconductores dentro de los cuales el material está en estado normal. Esto se conoce como estado mixto.

Vórtices superconductores y red de Abrikosov

En estos vórtices superconductores, el campo se extiende hasta una distancia λ del centro del vórtice, y el parámetro de orden se encuentra deprimido hasta una distancia ξ del mismo, en la zona conocida como núcleo del vórtice. Rodeándolo se extienden supercorrientes que confinan el campo en el interior del vórtice, apantallándolo en el resto del superconductor (Figura 1.2c) [8].

Al aumentar el campo, el número de vórtices se incrementa. Si dos vórtices se acercan una distancia menor que λ , sus campos magnéticos comenzarán a solapar, elevándose la energía magnética. Para minimizarla tenderán a alejarse lo máximo posible entre sí, dando lugar a un potencial de repulsión V_{int} . La fuerza por unidad de longitud del vórtice con la que se repelen será proporcional a $\partial V_{int}/\partial r$ y viene dada por [6]:

$$F_{int} = \frac{\phi_0^2}{8\pi^2\lambda^2} K_0\left(\frac{r}{\lambda}\right)$$

donde K_0 es la función de Hankel de orden 0. Como podía esperarse, el alcance de la repulsión es del orden de la longitud de penetración.

Cuando múltiples vórtices atraviesan la muestra, la distribución de mínima energía será la que les permita estar lo más separados posible. Abrikosov resolvió este problema en 1957 a partir de las ecuaciones de Ginzburg-Landau, obteniendo que la red triangular es la configuración de mínima energía [8]. A medida que el campo aplicado se incrementa también lo hará el número de vórtices, y el parámetro de red disminuirá, evolucionando como:

$$a_0 = \left(\frac{2}{\sqrt{3}}\right)^{1/2} \sqrt{\frac{\phi_0}{B}}$$

Esta red de vórtices, conocida como red de Abrikosov ha sido observada de manera directa por diversas técnicas como STM [9], microscopía Hall [10], decoración de Bitter [11] o microscopía Lorentz [12] (Figura 1.3). Por la predicción

de la existencia de vórtices superconductores y su disposición en una red triangular, Abrikosov recibió el premio Nobel en 2003.

En el momento en el que la densidad de vórtices sea tan alta que los núcleos comiencen a solapar, todo el material se encontrará en estado normal y la superconductividad habrá sido completamente destruida. Esto ocurre para el llamado campo crítico superior $H_{C2}(T)$:

$$H_{C2}(T) = \frac{\phi_0}{2\pi\xi(T)^2} = \frac{H_{C2}(0)}{1 - T/T_C}$$

A medida que la temperatura se acerca a T_C , la longitud coherente diverge y el campo crítico tiende a 0, tal como era de esperar.

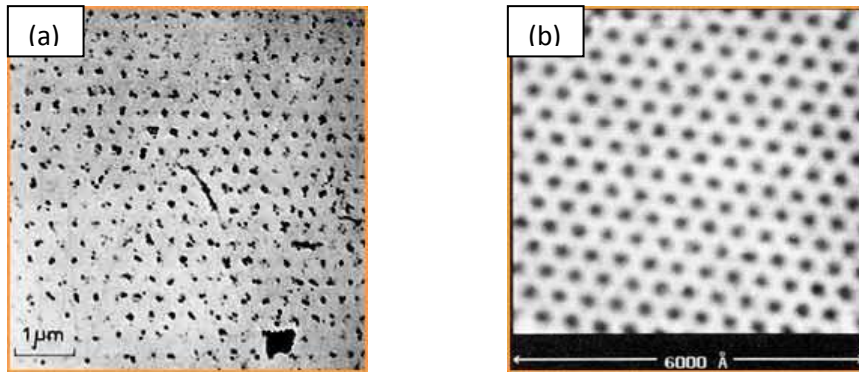


Figura 1.3. (a) Primera observación de la red de Abrikosov en 1967, en una aleación de Pb-In y mediante decoración Bitter, por Essmann y Trauble(ref. 11). (b) Red de Abrikosov en NbSe2 observada por STM, por Hess *et al.*(ref. 9)

1.1.3 Teoría BCS y descripción microscópica

La interpretación microscópica del fenómeno de la superconductividad llegó en 1957 con la teoría BCS, desarrollada de Bardeen, Cooper y Schrieffer [13].

La teoría gira en torno a la formación de los denominados pares de Cooper. Un electrón en movimiento a través de una red cristalina provoca una polarización local en la misma. Otro electrón cercano podría sentir esa polarización y verse atraído hacia esa zona. De esta manera sería posible, mediando el intercambio de un fonón, que dos electrones experimentasen una atracción efectiva. Cooper probó que dos electrones con momentos cristalinos y spins opuestos, en presencia de un

mar de Fermi lleno, formarán un estado ligado por débil que sea esta interacción, formando un par de Cooper.

Estos pares de Cooper son los portadores de corriente en el superconductor, y su existencia se pudo comprobar poco después, cuando los experimentos de cuantización de flujo permitieron obtener el valor de ϕ_0 , y a partir de él determinar que $e^* = 2e$.

Usando cálculo variacional, dedujeron que el estado fundamental del sistema es una superposición coherente de pares de Cooper con orden de largo alcance fuera de la diagonal (ODLRO). De manera similar observaron que la densidad de estados presentaba un *gap* en torno a la energía de Fermi, que se relaciona con la temperatura crítica mediante:

$$\Delta = 1.76K_B T_C$$

A partir de la teoría BCS pudo derivarse toda la electrodinámica de los superconductores, incluyendo las ecuaciones de London. En 1959, Lev Gork'ov derivó la teoría de Ginzburg-Landau como límite de la BCS cerca de T_C , jugando el *gap* superconductor el papel de parámetro de orden [14]. Bardeen, Cooper y Schrieffer fueron galardonados con el Nobel en 1972.

1.1.4 Superconductividad de alta temperatura

En 1986 Bednorz y Müller encontraron superconductividad a 35 K en estructuras derivadas de perovskitas, de óxido de cobre con lantano y bario [15], descubrimiento por el que se les otorgó el Nobel en 1987. La aparición al año siguiente del YBaCuO y el BiSrCaCuO permitieron por primera vez observar superconductividad por encima de la temperatura del nitrógeno líquido [16]. En seguida se comprobó que estos nuevos cupratos superconductores mostraban un *gap* de energía y los portadores de corriente eran pares de Cooper, pero que, sin embargo, el mecanismo que propiciaba a su formación no podía explicarse mediante la teoría BCS.

En 2008 se descubrió una nueva clase de superconductores de alta temperatura, los pnicturos de hierro [17]. Mientras que en los cupratos la superconductividad proviene de los planos de CuO, en estos nuevos superconductores lo hace de planos de FeX, siendo X cualquier pnicturo, generalmente P o As. Éstos se encuentran intercalados entre planos de tierras raras, metales alcalinos u óxidos de éstos. Al igual que en los

cupratos, el origen de su superconductividad sigue siendo una incógnita.

1.2 Dinámica de vórtices

1.2.1 Vórtices y disipación

Los vórtices juegan un papel central en las propiedades de transporte eléctrico en los superconductores de tipo II. La figura 1.4a representa las supercorrientes de un vórtice superconductor \vec{J}_{vortex} en el seno de una corriente aplicada externamente, de abajo hacia arriba \vec{J}_{ext} . La fuerza total que el campo magnético ejerce sobre los portadores de carga viene dada por:

$$\vec{F} = \iint (\vec{J}_{vortex} + \vec{J}_{external}) \times \vec{B} \cdot d\vec{r} = \vec{J}_{ext} \times \iint \vec{B} \cdot d\vec{r} = \vec{J}_{ext} \times \hat{\phi}_0$$

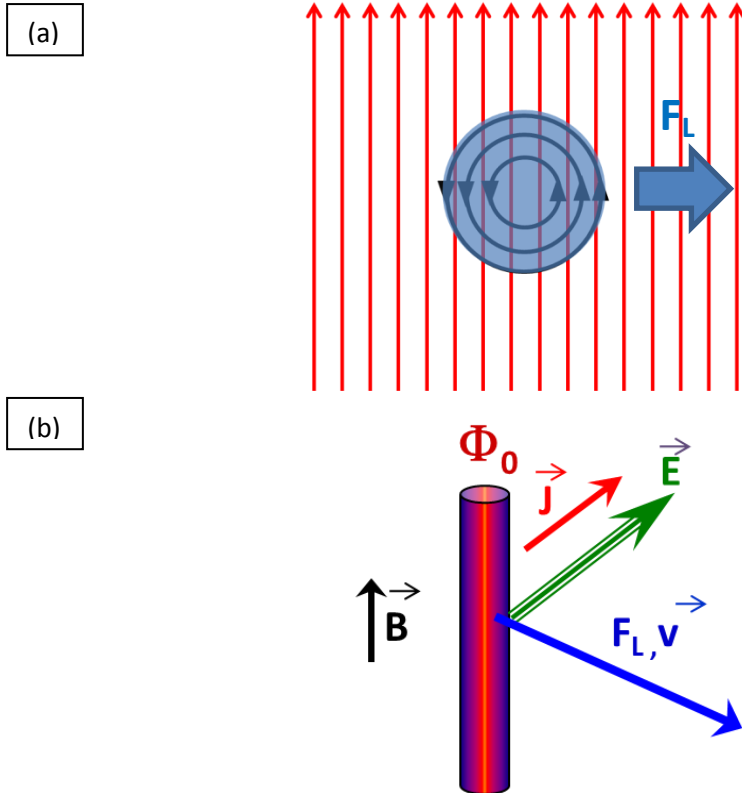


Figura 1.4. (a) Representación esquemática de la interacción de un vórtice apuntando hacia afuera de la hoja (círculo azul) con una corriente aplicada (flechas rojas). (b) Direcciones de la fuerza de Lorentz, el movimiento del vórtice \vec{v} y el campo eléctrico \vec{E} inducido al aplicar una densidad de corriente J .

Por tanto, al aplicar una corriente externa, los vórtices comenzarán a moverse en perpendicular a la corriente y al campo aplicado por una fuerza denominada fuerza de Lorentz.

Al desplazarse por el superconductor generarán un campo eléctrico por inducción, dado por la relación de Josephson [18]:

$$\vec{E} = \vec{B} \times \vec{v}$$

donde \vec{v} es la velocidad del vórtice (Figura 1.4b). Este campo apunta en la misma dirección que la corriente externa aplicada, es proporcional a la velocidad del vórtice y es máximo en el núcleo del mismo. Puesto que en el núcleo el material se encuentra en estado normal, este campo eléctrico producirá disipación, y el superconductor presentará una resistividad no nula [19].

En un material perfecto y sin defectos, cualquier corriente aplicada, por pequeña que sea, generará una fuerza de Lorentz que moverá los vórtices causando disipación. Esto implicaría que los superconductores de tipo II nunca serían conductores perfectos por encima de $H_{c1}(T)$. Afortunadamente, como se estudia en la siguiente sección, cualquier defecto generará una fuerza de anclaje, dificultando el movimiento de los vórtices y haciendo necesaria una corriente mínima, denominada corriente crítica (J_c), para comenzar a observar disipación..

1.2.2 Mecanismos de anclaje

La creación de un vórtice tiene un coste energético. Por un lado, en el núcleo del vórtice el material se encuentra en estado normal, con el consiguiente aumento debido a la energía de condensación. Por otro, las supercorrientes generadas para confinar el campo dentro del vórtice suponen un gasto de energía cinética.

Este gasto de energía podría minimizarse si el vórtice se colocase sobre un defecto del material. Dependiendo de cómo se minimice ese gasto, ese defecto puede generar un anclaje del núcleo, o un anclaje magnético.

Anclaje del núcleo.

Generar el núcleo implica un aumento de energía por unidad de longitud del vórtice [20]:

$$E_{\text{núcleo}} = \epsilon_{\text{condensación}} \cdot \text{Área} = \frac{\mu_0 H_c(T)^2}{2} \cdot \pi \xi(T)^2$$

Donde $H_c(T)$ es el denominado campo crítico termodinámico que viene dado por:

$$\frac{\mu_0 H_C(T)^2}{2} = (F_N - F_s)_{H=0}$$

La evolución de $H_C(T)$ con la temperatura es similar a la de $H_{C2}(T)$, por lo que:

$$E_{\text{núcleo}} \sim \left(1 - \frac{T}{T_C}\right)$$

Si en el material hay un defecto que deprime localmente la temperatura crítica del superconductor, la energía de condensación en esa zona será menor y $E_{\text{núcleo}}$ también, por lo tanto para el superconductor será energéticamente favorable que el vórtice nucleee sobre el defecto. Suponiendo que el defecto (de volumen V y dimensión L en la dirección del campo) suprime totalmente la superconductividad, el ahorro de energía al colocarse el vórtice sobre él será:

$$E_{\text{pinning}} = \epsilon_{\text{condensación}} \cdot V, \quad \text{para } V \ll \xi(T)$$

$$E_{\text{pinning}} = \epsilon_{\text{condensación}} \cdot L \cdot \xi(T)^2, \quad \text{para } V \gg \xi(T)$$

Éstas expresiones serán utilizadas en el capítulo 5

El defecto atraparé el vórtice en su posición mediante una energía de anclaje (*pinning*). La fuerza de *pinning* con la que sujetará al vórtice será proporcional a $\partial E_{\text{pinning}} / \partial x$. Si el defecto es mucho mayor que la longitud coherente, aún siendo alta la energía de *pinning*, el vórtice podrá moverse relativamente libre por su interior. Si el defecto es mucho menor que la longitud coherente, la energía de pinning, y por tanto la fuerza, serán pequeñas.

Así pues, para que el anclaje del vórtice en una posición fija sea lo más efectivo posible, $\xi(T) \sim \sqrt[3]{V}$. Esto implica que a medida que la temperatura del superconductor varíe, también lo hará la longitud coherente y por tanto defectos que eran buenos centros de anclaje dejarán de serlo y viceversa.

Hay dos maneras en las que un defecto (no magnético) puede generar una depresión de T_C o alterar los parámetros superconductores (como las longitudes características):

- Por alteraciones estructurales: las fronteras de grano, las dislocaciones, la corrugación..., pueden generar depresiones locales de la temperatura crítica y actuar como centros de anclaje.
- Por efecto de proximidad: los pares de Cooper pueden difundirse dentro de un metal en contacto con el superconductor, induciendo superconductividad

en él. El potencial de atracción de los pares en el interior del metal es mucho menor o nulo, por lo que el potencial de atracción promedio se reducirá [21]. Esto implica que la T_C del sistema superconductor-metal disminuirá. Éste efecto será mayor cuanto más lejos se difundan los pares en el metal. Esa distancia viene dada por la longitud de coherencia normal ξ_N :

$$\xi_N^2 = \frac{\hbar v_F l}{6\pi K_B T_C}$$

Donde v_F y l son la velocidad de Fermi y el recorrido libre medio del metal, y T_C la temperatura crítica del superconductor.

Puede observarse como esta distancia aumenta con el recorrido libre medio, por lo que en general el efecto de proximidad será más intenso cuanto mejor sea la conductividad del metal.

Anclaje magnético:

Generar supercorrientes para confinar el campo magnético en el interior del vórtice supone un incremento de energía cinética y magnética. En el caso en que $\kappa \gg 1$, este incremento puede aproximarse por [6]:

$$\left(\frac{\phi_0}{4\pi\lambda}\right)^2 \ln \kappa$$

Un defecto magnético en el superconductor generará un campo de fugas que confinará el campo magnético en el interior. Si el campo apunta en la misma dirección que la imanación y el vórtice se coloca sobre él, se ahorrará tener que crear supercorrientes. Esa posición es energéticamente favorable, apareciendo una fuerza de *pinning*.

1.2.3 Nanoestructuración y control de la dinámica de vórtices

Las propiedades magnéticas y de transporte de los superconductores de tipo II dependerán enormemente de la dinámica de vórtices. Ésta a su vez vendrá determinada por la interacción entre la fuerzas de repulsión entre vórtices, de Lorentz y de *pinning*.

La capacidad de mejorar o controlar las propiedades de transporte de los superconductores tipo II pasa por la fabricación de centros eficaces de anclaje. Por lo expuesto anteriormente, estos deben ser del tamaño de las longitudes características del superconductor.

Para los superconductores clásicos, donde las longitudes de coherencia y penetración son del orden de decenas o centenares de nanómetros, las técnicas de litografía han resultado una herramienta de gran utilidad para la fabricación de estos centros de anclaje, con gran impacto en las propiedades de transporte. Han permitido manipular la dinámica de vórtices y mejorar las propiedades de transporte.

Efecto de conmensurabilidad:

Uno de los cambios más importantes inducido en la dinámica de vórtices mediante la nanoestructuración es la aparición de un efecto de conmensurabilidad [12],[22].

Este efecto se observa en superconductores con centros de anclaje periódicos, y consiste la presencia de mínimos en la resistencia (o máximos en la corriente crítica) para los denominados campos de ajuste (*matching*) (Figura 1.5a). Estos campos de *matching* están equiespaciados, y corresponden a situaciones en los que la densidad de vórtices es un múltiplo de la densidad de centros de anclaje:

$$B_n = n \cdot B_1 = n \frac{\phi_0}{A}$$

Siendo A el área unidad de la red de centros de anclaje y B_1 el primer campo de *matching*. En esos campos, la red de vórtices se ajusta a la red de centros de anclaje, maximizando la fuerza de *pinning* (Figura 1.5b).

Si el campo es ligeramente mayor que el campo de *matching*, habría en la red un vórtice extra, que podría moverse con facilidad entre distintas posiciones (por ejemplo las regiones intersticiales), todas con la misma energía del sistema. Esa facilidad de movimiento produce un brusco aumento de la resistencia por encima del campo de *matching*. Si el campo es ligeramente menor que el de *matching*, se produciría un “hueco” la red, que de la misma manera podría desplazarse entre múltiples configuraciones sin aumentar la energía del sistema, disipando.

En cambio, en situación de *matching*, el desplazamiento de cualquier vórtice fuera de su posición implica necesariamente un aumento en la energía del sistema, dificultando el movimiento de los vórtices. Esto explica que el efecto de conmensurabilidad se manifieste como mínimos de resistencia, en vez de escalones. Dependiendo de la geometría de la red y el material de los centros de anclaje, la disminución de la resistencia en situación de *matching* puede ser de órdenes de magnitud.

Efecto Ratchet:

Este efecto se estudiará en detalle en el capítulo 6 de la tesis. Cuando el potencial creado por los centros de anclaje presenta alguna asimetría, la fuerza de *pinning* será mayor en un sentido que en el otro, lo que implica que el movimiento de los vórtices será más fácil en una dirección [23].

Las técnicas de fabricación han permitido la fabricación de centros de anclaje asimétricos. En estas muestras, la aplicación de una fuerza de Lorentz alterna permite observar una rectificación en el movimiento de los vórtices que se manifiesta como una componente dc en la caída de potencial (Figura 1.5b) [24].

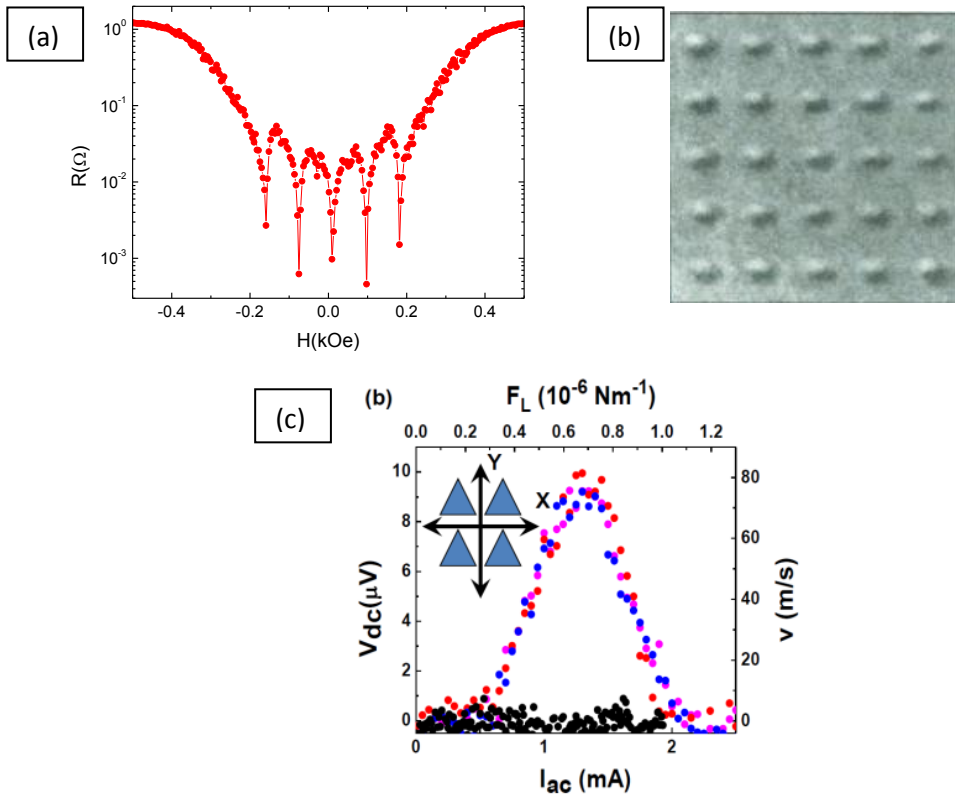


Figura 1.5. Efecto de conmensurabilidad observado: (a) en medidas de R vs H , para una película de Nb con dots de Py formando una red rectangular de $400 \text{ nm} \times 600 \text{ nm}$. (b) directamente por Harada *et al.*(ref. 18), mediante microscopía Lorentz, en una película de Nb irradiada con iones de Galio, formando las zonas irradiadas una red cuadrada de $830 \text{ nm} \times 830 \text{ nm}$. (c) Observación del efecto ratchet en una película de Nb con triángulos de Ni como centros de anclaje.

Campos de fuga y pares vórtice-antivórtice:

El estudio de la interacción entre superconductividad y magnetismo ha generado un gran volumen de trabajos en las dos últimas décadas, en las que se han encontrado una gran variedad de nuevos comportamientos.

La fabricación de nanoimanes ha permitido confinar campos de fuga en tamaños comparables a la longitud de penetración del superconductor, permitiéndoles ser origen de un efectivo *pinning*. Puesto que el campo de fuga viene determinado por el estado magnético de los nanoimanes, este tipo de centros de anclaje permite controlar las propiedades de transporte cambiando el estado magnético [25].

Por otro lado, las líneas del campo de fuga tenderán a cerrarse por el exterior del imán. Si el campo es suficientemente intenso puede llegar a generar pares estables vórtice-antivórtice en el superconductor [26]. Al aplicar un campo externo en la dirección de la imanación, éste puede aniquilar los antivórtices en las zonas entre los nanoimanes, elevando la temperatura crítica y mejorando las propiedades de transporte, un efecto conocido como superconductividad inducida por el campo magnético [27].

Todos estos comportamientos serán estudiados en profundidad en los capítulos 4 y 6.

1.3 Planteamiento de la tesis

En esta tesis se ha estudiado la dinámica de vórtices en superconductores nanoestructurados, profundizando en su relación con las longitudes características del superconductor. La tesis se ha organizado de la siguiente manera:

- Capítulo 1. El presente capítulo, en el que se han introducido los conceptos básicos de superconductividad y dinámica de vórtices.
- Capítulo 2. Se exponen las diversas técnicas de fabricación y caracterización que se han usado en esta tesis.
- Capítulo 3: Se estudia la dinámica de vórtices en el superconductor anisótropo NbSe_2 , utilizando diversas configuraciones de medida que permiten mover los vórtices de diferentes maneras. Mediante medidas V-I se analiza en primer lugar la dependencia de la corriente crítica con el ángulo formado entre el campo magnético y el eje de anisotropía, y posteriormente el comportamiento al variar el ángulo entre campo y corriente, profundizando en el caso en el que ambos son paralelos (configuración sin fuerza de Lorentz)

- Capítulo 4. En él se analizan diversos aspectos de la dinámica de vórtices en sistemas con *pinning* periódico, analizando los distintos mecanismos de anclaje de vórtices y su relación con las longitudes características del superconductor. Este capítulo se ha dividido en tres partes:
 - Primera parte: se analizan las propiedades de transporte de estos sistemas cuando la longitud de coherencia se vuelve comparable a la distancia entre centros de anclaje, analizando bajo qué condiciones se observa un régimen de red de hilos superconductores ("*superconducting wire network*").
 - Segunda parte: se estudia el efecto del magnetismo de los dots sobre el anclaje de los vórtices intersticiales, analizando el efecto del campo de fugas sobre la longitud de penetración.
 - Tercera parte: se investigan los efectos de memoria en las propiedades de transporte causados por nanoestructuras magnéticas
- Capítulo 5. La competición entre tensiones elásticas, potenciales de anclaje y energía térmica da lugar a diversas fases de vórtices cerca de la temperatura crítica. El desorden frustra el orden a largo alcance de la red de Abrikosov, reduciendo la longitud de correlación y formando un vidrio de vórtices. Las fluctuaciones térmicas pueden destruir totalmente las correlaciones formando un líquido de vórtices.
En este capítulo se estudia la interacción entre potenciales periódicos de *pinning* y las distintas fases de vórtices. Se discute cómo la anisotropía de la red de centros de anclaje afecta estas fases, induciendo orden esméctico en determinadas condiciones.
- Capítulo 6. Se estudia la dinámica de redes de vórtices y antivórtices sometidas a potenciales asimétricos de *pinning*, en una red de triángulos con anisotropía magnética fuera del plano. Se analiza la naturaleza de los efectos *ratchet* y de conmensurabilidad en este sistema, y su dependencia con el estado magnético de los triángulos. Se discuten también potenciales aplicaciones de este sistema como dispositivo de memoria o sensor de campo.
- Capítulo 7: Capítulo de conclusiones, donde se resumen los principales resultados de la tesis.

Referencias:

- [1] Kamerlingh Onnes, H., "Further experiments with liquid helium. D. On the change of electric resistance of pure metals at very low temperatures, etc. V. The disappearance of the resistance of mercury." *Comm. Phys. Lab. Univ. Leiden*, **122b** (1911); H. Togalla and P.H. Kes, "100 years of superconductivity", *CRC Press* (2011).
- [2] W. Meissner and W.R. Ochsenfeld, "Ein neuer effect bei eintritt der supraleitfaehigkeit", *Naturwissenschaften*, **21**, 787 (1933).
- [3] F. London and H. London, "The Electromagnetic Equations of the Supraconductor", *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, **149**, 866 (1935).
- [4] J. N. Rjabinin and L.W. Schubnikow, "Magnetic properties and critical currents of supra-conducting alloys", *Nature*, **135**, 581 (1935).
- [5] V.L. Ginzburg and L.D. Landau, "On the theory of superconductivity", *Zh. Eksp. Teor. Fiz.* **20**, 1064 (1950).
- [6] M. Tinkham, "Introduction to Superconductivity", Dover (2006).
- [7] B.S. Deaver and W.M. Fairbank, "Experimental evidence for quantized flux in superconducting cylinders", *Phys. Rev. Lett.*, **7**, 43 (1961).
- [8] A.A. Abrikosov, "On the magnetic properties of superconductors of the second group", *Soviet Physics - JETP*, **5**, 1174 (1957).
- [9] H.F. Hess, R.B. Robinson, R.C. Dynes, J.M. Valles and J.V. Waszczak, "Scanning tunneling microscope observation of the Abrikosov Flux Lattice and the density of states near and inside a fluxoid", *Phys. Rev. Lett.*, **62**, 214 (1989).
- [10] A. Oral, S.J. Bending, R.G. Humphreys and M. Henini, "Microscopic measurement of penetration depth in YBa₂Cu₃O_{7-d} thin films by scanning Hall probe microscopy", *Supercond. Sci. Technol.*, **10**, 17 (1997).
- [11] U. Essmann and H. Trauble, "The direct observation of individual flux lines in type II superconductors", *Physics Letters*, **24A**, 526 (1967).
- [12] K. Harada, O. Kamimura, H. Kasai, T. Matsuda, A. Tonomura and V.V. Moshchalkov, "Direct observation of vortex dynamics in superconducting films with regular arrays of defects", *Science*, **274**, 1167 (1996).
- [13] J. Bardeen, L.N. Cooper and J.R. Schrieffer, "Microscopic Theory of Superconductivity", *Physical Review*, **106**, 162 (1957).
- [14] L.P. Gor'kov, "Microscopic derivation of the Ginzburg-Landau equations in the theory of superconductivity", *Soviet Physics - JETP* **9**, 1364 (1959).
- [15] J.G. Bednorz and K.A. Müller, "Possible high T_c superconductivity in the Ba-La-Cu-O system". *Z. Physik B*, **64**, 189 (1986).

- [16] M.K.Wu, J.R. Ashburn, C.J. Torng, P.H. Hor, R.L. Meng, L. Gao, Z.J. Huang, Y.Q. Wang, and C.W. Chu, "Superconductivity at 93 K in a New Mixed-Phase Y-Ba-Cu-O Compound System at Ambient Pressure". *Physical Review Letters*, **58**, 908 (1987).
- [17] Y. Kamihara, H. Hiramatsu, M. Hirano, R. Kawamura, H. Yanagi, T. Kamiya, and H. Hosono, "Iron-Based Layered Superconductor: LaOFeP". *J. Am. Chem. Soc.*, **128**, 10012 (2006).
- [18] B.D. Josephson, "Potential differences in the mixed state of type II superconductors", *Phys. Lett.*, **16**, 242 (1965).
- [19] J. Bardeen and M.J. Stephen, "Theory of the motion of vortices in superconductors", *Phys. Rev.*, **140**, A1197 (1965).
- [20] A.M. Campbell and J.E. Evetts, "Flux vortices and transport currents in type II superconductors", *Adv. in Physics*, **21**, 199 (1972).
- [21] L.N. Cooper, "Superconductivity in the Neighborhood of metallic contacts", *Phys. Rev. Lett.*, **6**, 689 (1961).
- [22] M. Baert, V.V. Metlushko, R. Jonckheere, V.V. Moshchalkov and Y. Bruynseraede, "Composite flux-line lattices stabilized in superconducting films by a regular array of artificial defects", *Phys. Rev. Lett.*, **74**, 3269 (1995); J.I. Martin, M. Vélez, J. Nogués and I.K. Schuller, "Flux pinning in a superconductor by an array of submicrometer magnetic dots", *Phys. Rev. Lett.*, **79**, 1929 (1997).
- [23] C.S. Lee, B. Janko, I. Derenvi and A.L. Barabasi, "Reducing vortex density in superconductors using the ratchet effect", *Nature*, **400**, 337 (1999).
- [24] J.E. Villegas, S. Savel'ev, F. Nori, E.M. González, J.V. Anguita, R. García and J.L. Vicent, "A superconducting reversible rectifier that controls the motion of magnetic flux quanta", *Science*, **302**, 1188 (2003).
- [25] J.E. Villegas, K.D. Smith, L. Huang, Y. Zhu, R. Morales and I.K. Schuller, "Switchable collective pinning of flux quanta using magnetic vortex arrays: experiments on square arrays of Co dots on thin superconducting films", *Phys. Rev. B*, **77**, 134510 (2008); A. Gómez, D. Gilbert, E.M. González, Kai Liu and J.L. Vicent, "Control of dissipation in superconducting films by magnetic stray fields", *Appl. Phys. Lett.*, **102**, 052601 (2013).
- [26] J.S. Neal, M.V. Milosevic, S.J. Bending, A. Potenza, L. San Emeterio and C.H. Marrows, "Competing symmetries and broken bonds in superconducting vortex-antivortex molecular crystals", *Phys. Rev. Lett.*, **99**, 127001 (2007).
- [27] M. Lange, M.J. Van Bael, Y. Bruynseraede and V.V. Moshchalkov, "Nanoengineered Magnetic-Field-Induced superconductivity", *Phys. Rev. Lett.*, **90**, 197006 (2003).

2

Métodos experimentales

2.1 Técnicas de fabricación

La mayor parte de las muestras estudiadas en esta tesis doctoral son películas superconductoras de Nb nanoestructuradas. Usando técnicas de litografía se han fabricado, sobre un sustrato de silicio, estructuras nanométricas de distintos materiales, encima de las cuáles se ha crecido la película superconductora.

Todos los pasos del proceso de fabricación han sido llevados a cabo con los equipos disponibles del CAI (Centro de Apoyo a la Investigación) de Técnicas Físicas y del Laboratorio de Superconductividad y Películas Delgadas de la UCM.

El proceso de fabricación es similar en todas las muestras:

- [1] El sustrato utilizado ha sido silicio. Previamente a su utilización todos los sustratos fueron limpiados en baños de acetona e isopropanol en ultrasonidos.
- [2] Una vez limpio el sustrato, se fabrica el array con el que se pretende nanoestructurar la película superconductora.
 - En primer lugar se extiende y cura una película de resina sensible a un haz de electrones, de 200 nm de espesor (950 PMMA).
 - Sobre la resina se realiza una litografía por haz de electrones (EBL) dibujando el motivo del array.
 - Un revelado de la resina disolverá las zonas expuestas al haz.
 - Usando pulverización catódica de tipo magnetrón (*magnetron sputtering*) se crece una película del material deseado sobre la resina. En esta tesis se han crecido redes de nanoestructuras de Cu, Py, Ni y multicapa de Co/Pd
 - Finalmente se introduce la muestra en acetona o disolvente similar, y por proceso de *lift-off* queda definido el motivo litografiado
- [3] Sobre el array se deposita la película de Nb superconductor, por lo general de espesor 100 nm, usando pulverización catódica.
- [4] Para realizar medidas de transporte eléctrico se define un puente de medida que permita inyectar corriente y medir la caída de potencial

únicamente en las zonas de interés de la muestra (las zonas nanoestructuradas), usando una configuración de cuatro puntas. Ese puente se realiza en tres pasos:

- De nuevo se extiende sobre el sustrato una resina, en este caso sensible a la luz ultravioleta y de espesor $1.3\ \mu\text{m}$.
- Se realiza una litografía óptica con la que se define la forma del puente de medida, las zonas expuestas a la luz UV serán más solubles y tras el revelado el motivo del puente queda transferido a la resina.
- La muestra se somete a un ataque por iones reactivos ('Reactive Ion Etching', RIE) en un plasma de Ar/SF_6 que ataca el Nb, dejando únicamente el metal protegido bajo la resina. Ésta se elimina con facilidad sumergiéndola en acetona unos minutos, y la muestra está lista para medir.

Estos 4 pasos están descritos esquemáticamente en la Figura 2.1

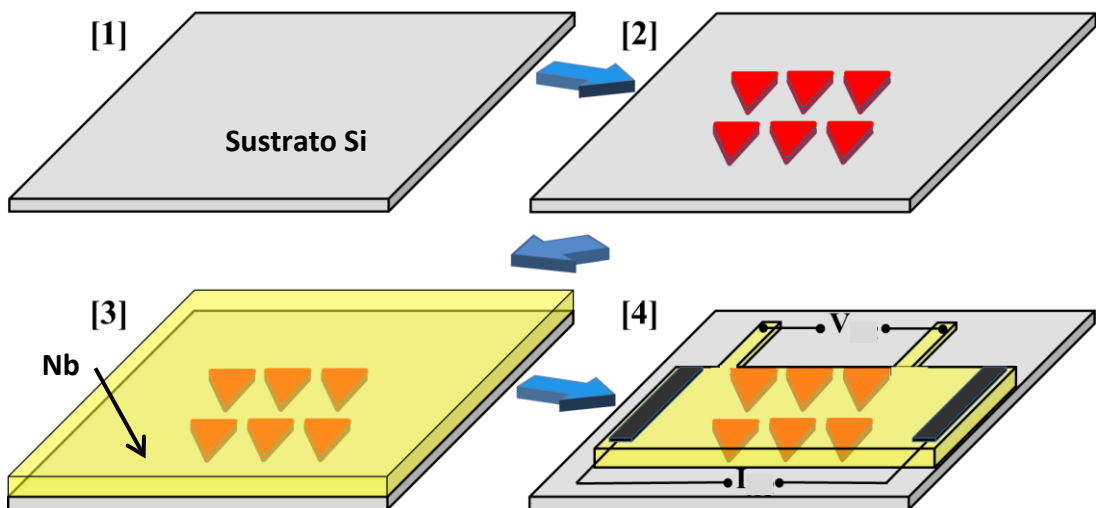


Figura 2.1. Descripción esquemática del proceso de fabricación: sobre un sustrato de Si (1) se define un array de nanoestructuras usando EBL y pulverización catódica (2). Encima se deposita una película de Nb superconductor (3). Finalmente, usando litografía electrónica y RIE se define un puente para realizar medidas de transporte con cuatro puntas (4).

Los fundamentos de las distintas técnicas de fabricación utilizadas serán descritos detalladamente a continuación.

2.1.1 Pulverización catódica tipo magnetrón

Todas las películas y nanoestructuras crecidas en esta tesis se han depositado usando la técnica de pulverización catódica. Esta técnica está basada en el bombardeo de iones (generalmente de Ar) sobre un blanco del material a depositar. El impacto de los iones sobre la superficie provoca la liberación de átomos del blanco de los que algunos se depositarán sobre el sustrato.

Todo el proceso tiene lugar en una campana de alto vacío con una presión base de $5 \cdot 10^{-8}$ Torr, de esta manera se evita la presencia de impurezas durante el proceso de deposición. Unas condiciones de buen vacío base son especialmente necesarias en el crecimiento de películas de Nb, cuya temperatura crítica es muy sensible a pequeños contenidos de oxígeno.

Durante el crecimiento, se utiliza un flujo constante de gas Ar de alta pureza (99.999 %), que se ajusta para mantener una presión en de trabajo entre 1 y 10 mTorr. Los blancos del material a depositar están colocados sobre los denominados magnetrones (*sputtering guns*). Estos elementos proporcionan al blanco un soporte físico manteniendo su aislamiento eléctrico del resto de la campana, permitiendo además aplicar altos voltajes entre blanco y campana, lo suficientemente intensos para ionizar el Ar y encender un plasma.

Una vez ionizados, los iones Ar^+ son acelerados hacia el blanco (que se mantiene a un potencial negativo), impactando en su superficie y liberando átomos de ella. El impacto libera también electrones, capaces de ionizar más átomos de Ar y realimentar el plasma. Todo este proceso libera gran cantidad de calor, que es evacuado por el agua de refrigeración que circula por el interior del magnetrón. Todos los magnetrones utilizados están montados en configuración de magnetrón, con una serie de imanes situados tras el blanco, creando un campo magnético que confina el plasma en la zona cercana a la superficie. Esto permite trabajar a menores presiones durante el crecimiento y aumentar así la velocidad de deposición.

Ajustando el voltaje aplicado al blanco, la presión de trabajo o la distancia al sustrato es posible controlar la velocidad de deposición con una precisión de orden de 1 \AA/s . La posibilidad de controlar con precisión el espesor de la película, de variar la velocidad de deposición, y la capacidad para depositar multitud de metales puros (incluso con muy alto punto de fusión, como el Nb), aleaciones o aislantes manteniendo la estequiometría en la película hacen del *sputtering* una técnica muy versátil y adecuada para la fabricación de películas y nanoestructuras.

En el Laboratorio de Superconductividad y Películas Delgadas de la UCM hay dos equipos de *sputtering*, de las marcas AJA y Microscience (Figura 2.2). El primero posee una trampa de nitrógeno líquido que permite alcanzar una presión base de en torno a $2 \cdot 10^{-8}$ Torr y consta de 2 magnetrones. En este equipo se han crecido durante esta tesis Cu, Al, Py, Ni y Co, esto es, principalmente los materiales usados para fabricar las nanoestructuras. Para que el posterior proceso de *lift-off* resulte exitoso es necesario una deposición lo más direccional posible, que se ve favorecida con el uso de bajas presiones de Ar durante el *sputtering*. Por este motivo en esta campana se ha trabajado siempre con una presión de 1 mTorr y 30 W de potencia.

El equipo Microscience puede alcanzar un vacío similar en condiciones adecuadas y consta de 5 magnetrones (Nb, Co, Pd, Si y Cu, todos ellos usados durante esta tesis) situados en una configuración radial. Esta disposición, en combinación con un portasubstratos rotatorio cuya posición y velocidad de giro es controlable por ordenador, permite crecer multicapas de varios componentes con gran control del espesor. En concreto, en esta tesis se han crecido multicapas de Co/Pd con espesores de 4 y 6 Å respectivamente (capítulos 4 y 6). Dos de los magnetrones son inclinables, lo que permite (con la inclinación adecuada y ajustando las potencias relativas en ambos blancos) crecer películas de aleaciones con las proporciones que se deseen. En caso de necesidad, el portasubstratos cuenta además con una resistencia eléctrica que permite calentar la muestra hasta 1000°C y realizar crecimientos epitaxiales.

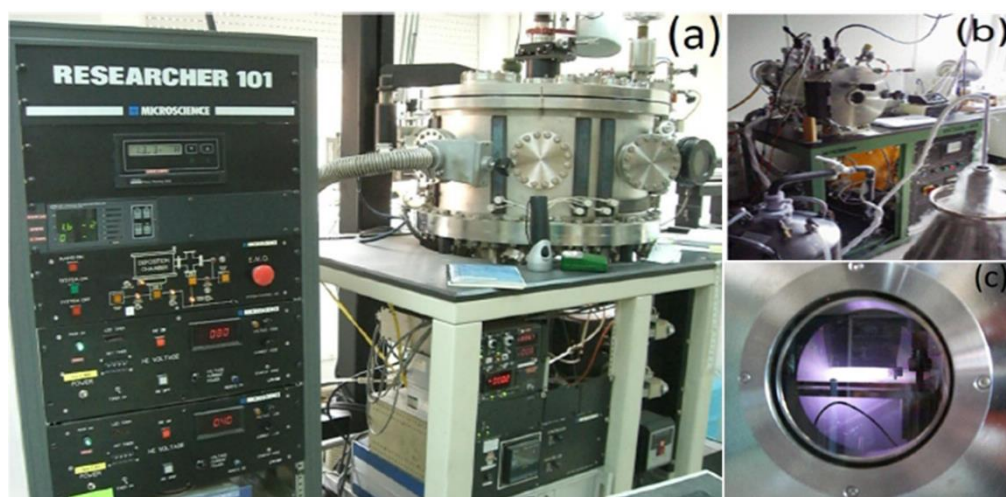


Figura 2.2. (a) Equipo Microscience. (b) Equipo AJA con trampa de nitrógeno líquido funcionando. (c) Magnetron en funcionamiento

Además de la fabricación de las mencionadas multicapas, esta campana ha sido usada principalmente para el crecimiento de Nb superconductor a una presión de 10 mTorr y 75W de potencia

2.1.2 Litografía por haz de electrones (EBL)

Se ha utilizado esta técnica para definir las nanoestructuras sobre las que luego se ha crecido el Nb. Para ello se ha usado el equipo de litografía Raith 50 del CAI de Técnicas Físicas de la UCM (Figura 2.3).

El primer paso de la litografía es la extensión de la resina ("*spinning*"). Este proceso consiste en centrifugar la muestra sobre sí misma a altas revoluciones con el fin de extender uniformemente por su superficie una resina polimérica sensible al bombardeo de electrones. Estas resinas electrónicas pueden dividirse en dos tipos: positivas (si su solubilidad aumenta al ser bombardeadas por e^-) o negativas (su solubilidad disminuye). Una resina positiva, tras el revelado, dejará "agujeros" en las zonas expuestas. En esta tesis se ha usado principalmente 950 PMMA, una resina positiva de alta resolución.

Para posibilitar la extensión de las resinas, éstas pueden ir disueltas en distintos disolventes. Por lo general, a menor concentración mayor fluidez tendrá la mezcla y más fina será la capa que se podrá espinear. En el caso de esta tesis, la resina está disuelta en anisol al 4%, y se centrifuga durante 1 minuto a 5000 rpm. Una vez extendida esta capa, es necesario eliminar el disolvente, cosa que se consigue tras un recocido en *hot plate* a 180 °C durante 1 minuto, tras el cual se obtiene finalmente una capa uniforme de PMMA de 200 nm de espesor.

Una vez extendida la resina y curada, la muestra se introduce al equipo de EBL. Este equipo consiste en un microscopio electrónico de barrido de Zeiss controlado por el software y hardware adicional de Raith. El SEM está equipado con una plataforma (*stage*) interferométrica, un filamento de LaB_6 y permite operar entre 0.5 y 30 kV para alcanzar una resolución máxima de 50 nm.

Antes de realizar la litografía es fundamental ajustar la óptica de la columna del SEM. Para ello se puede usar (como ha sido el caso) una muestra de referencia sobre la que ajustar tanto el alineamiento de la apertura, (corrigiendo el "focus wobble") como el astigmatismo del haz. A continuación, y una vez se haya enfocado bien sobre la muestra a litografiar, se definen el origen y los ejes de coordenadas de nuestro sistema, a fin de centrar o alinear la litografía.

Una desventaja de esta técnica es su capacidad limitada de litografiar grandes áreas debido a la deformación de la forma del haz a grandes ángulos. Una manera

de compensar esto es realizar la litografía por partes, cada una de ellas correspondiendo a un “campo de escritura” (*writefield*). Cuanto menor sea el campo de escritura mayor será la precisión de la litografía. Un problema inherente a este método es el denominado *stitching*, o desalineamiento de los distintos *writefields*. Para evitarlo es necesario antes de cada litografía hacer un alineamiento de los campos de escritura. Afortunadamente la mayoría de litografías de esta tesis se han hecho en único *writefield* de 100 μm , por lo que el *stitching* no existe.

Tras ajustar y corregir todos los parámetros queda cargar el diseño a litografiar y elegir la dosis. Esto último es una elección importante: la interacción de los electrones con la resina y el sustrato genera una cascada de electrones secundarios en el llamado volumen de interacción. Esto hace que el área de resina expuesta pueda ser considerablemente mayor que el área en la que el haz ha incidido (especialmente cuando hay gran densidad de motivos) lo que llevará a una pérdida sustancial de resolución. Bajar la dosis soluciona este problema pero genera otro: cabe la posibilidad de no haber expuesto la resina lo suficiente. Esto hará que tras el revelado no se disuelva la totalidad de la resina, y las estructuras se despegarán durante el *lift-off*. Para minimizar estos dos problemas simultáneamente es necesario escoger la dosis precisa. En esta tesis se han utilizado dosis entre 50 y 120 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$, con un voltage de columna de 10 kV y una corriente de haz de 30 pA.



Figura 2.3. Equipo de EBL Raith 50

Una vez expuesta la muestra, se introduce durante 1 minuto en revelador (metil-isobutil-cetona: iso-2-propanol, 1:3), tras lo cual los motivos quedan transferidos a la resina. Tras el *sputtering* la muestra se introduce en acetona que disolverá la resina levantando el metal que tenga encima, y sólo quedará aquel depositado en los “huecos” definidos por la litografía.

2.1.3 Litografía óptica

De toda la muestra cubierta por Nb, solo resulta de interés las propiedades de transporte eléctrico del área en el que se encuentren las nanoestructuras, por lo que se debe definir un puente de medida. Para ello se ha usado litografía óptica.

Esta técnica consiste en transferir a una resina el patrón de una máscara por medio de la exposición a luz. La resina polimérica a usar en este caso ha de ser sensible a la luz, generalmente a la radiación UV. De igual manera que con las resinas electrónicas, las ópticas pueden dividirse en positivas o negativas según disminuya o aumente la longitud de las cadenas poliméricas tras ser expuestas al UV. La resina usada en nuestro caso es positiva: la S1813 de Microchem, especialmente sensible a la línea G del espectro de emisión del mercurio (435.8 nm). Tras centrifugar durante 1 minuto a 5000 rpm y curar a 115°C durante otros 60” se obtiene una película de 1.3 μm de espesor.

Las litografías ópticas de esta tesis se han realizado en el alineador de máscaras Karl Suss del CAI de Técnicas Físicas de la UCM (Figura 2.4a). El equipo consiste en una lámpara de mercurio refrigerada por aire comprimido, una plataforma donde se pone la muestra, un microscopio de alineamiento, un portamáscaras y unos tornillos micrométricos para mover la plataforma. Por otra parte la máscara consiste en un vidrio en el que está grabado en Cr el motivo a transferir.

La máscara se fija al portamáscaras gracias a unos orificios de succión conectados a una línea de vacío, y de esa misma manera se sujeta la muestra al *stage*. Una vez posicionados aproximadamente, se hace uso del microscopio (5-20 X) y los tornillos micrométricos para desplazar o rotar la muestra. De esta manera se consiguen alinear posicional y orientacionalmente las nanoestructuras con la máscara. Una vez alineados, sustrato y máscara se acercan de tal manera que no quede ninguna sombra proyectada, pues afectaría a la resolución de la litografía. Una vez encontrada la posición final, se realiza la exposición al UV.

El revelado se realiza usando el disolvente MIF-319 de Microchem durante un minuto. Este proceso de litografía tiene resoluciones cercanas a la micra.

En el capítulo 3 se presentan medidas en monocristales de NbSe_2 , en los que no es posible realizar una litografía para definir un puente de medida. Para lograr una corriente lo más uniformemente posible, se han usado muestras rectangulares muy alargadas, situando los contactos de corriente en los extremos, y los de voltaje cerca entre sí, en el centro. Asegurándose una buena alineación de todos los contactos, la corriente fluirá paralela y homogéneamente en la zona entre contactos. De no fluir paralela a los contactos de voltaje, habría una ligera componente de corriente perpendicular a ellos, que generaría una caída de potencial asimétrica al invertir el campo. No se ha observado asimetría dentro del error experimental, indicando homogeneidad en la distribución de corrientes.

2.1.4 Ataque por iones reactivos (RIE)

El último paso de fabricación consiste en eliminar el Nb que no haya quedado protegido por la resina. Para ello se ha utilizado la técnica de RIE, haciendo uso de un *Reactive Ion Etcher* de la marca Southbay y perteneciente al CAI de Técnicas Físicas de la UCM (Figura 2.4b).

El equipo consiste en una campana de alto vacío dentro de la cual hay un plato aislado eléctricamente y refrigerado, sobre el que se coloca la muestra. Haciendo uso de un panel que permite controlar una mezcla de gases y a través de controladores de flujo se introduce en la campana la combinación deseada en la proporción correcta. En esta tesis se ha usado una mezcla de SF_6 y Ar en proporción 2:1 para atacar Nb, V y Ta. El aluminio, sin embargo, ha demostrado ser muy resistente a esta combinación, teniendo un gran potencial como máscara.

Una vez la mezcla está en la campana a la presión adecuada, un campo RF enciende el plasma y evita que se cargue el plato, mientras que un voltage DC aplicado al plato acelera los iones de Ar y F hacia la muestra. El Nb reacciona con el los iones de F formando NbF_5 , un compuesto volátil que se evacúa a través de la turbo. El Ar tiene como misión evitar mediante bombardeo la pasivación de la superficie debido a la formación de compuestos intermedios. Para el Nb se ha usado una presión de 30 mTorr y 150 W de potencia RF, obteniendo unritmo de ataque de 2 nm/s, lo que permite completar el proceso sin dañar el Nb protegido bajo la resina.

Tras el RIE, un baño en acetona retira la resina óptica protectora, y ya está definido el puente de medida (Figura 2.4c).

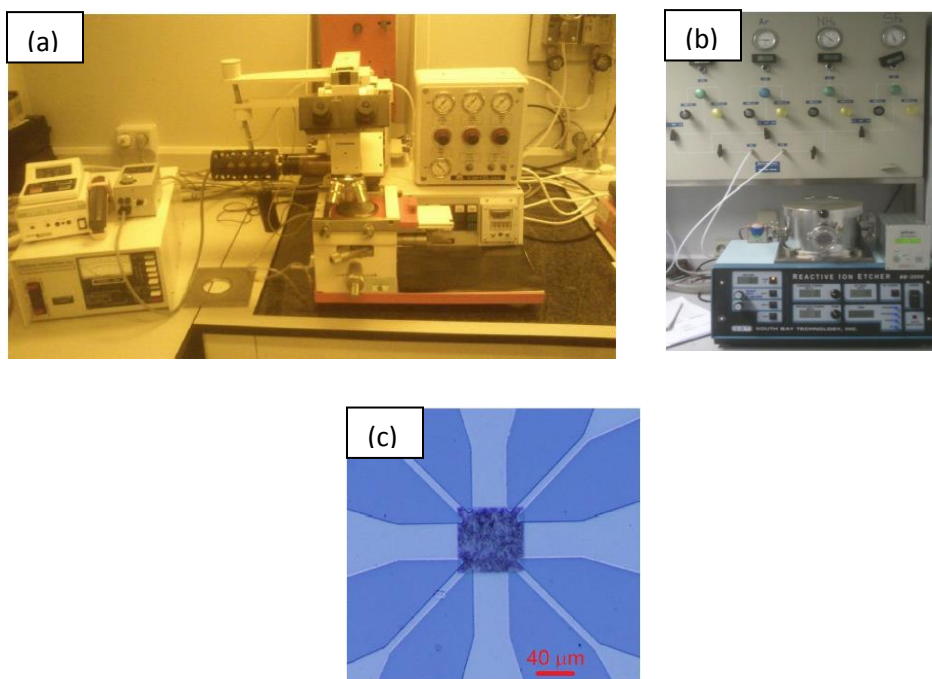


Figura 2.4. (a) Alineador de máscaras. (b) *Reactive Ion Etcher*. (c) Aspecto final del puente de medida alineado con el array de nanoestructuras

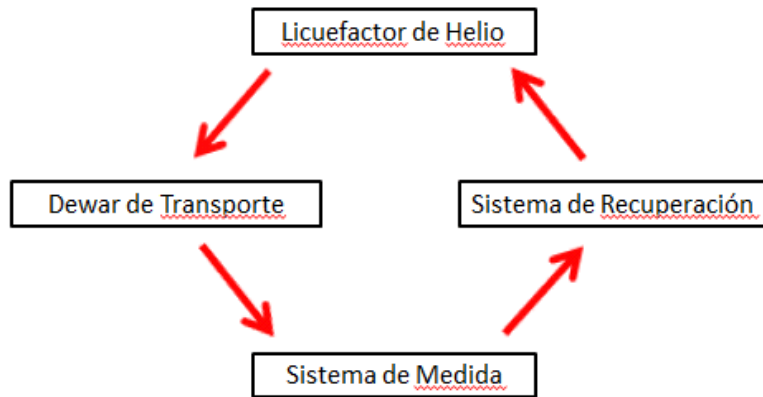
2.2 Licuación de He y N₂

Puesto que en esta tesis se han estudiado las propiedades de sistemas superconductores, obtener líquidos criogénicos que permitan alcanzar y medir a bajas temperaturas ha sido una labor prioritaria. La licuación, transferencia y recuperación de los líquidos criogénicos han sido llevadas a cabo con los equipos de CAI de Técnicas Físicas de la UCM. En esta tesis se han usado los dos líquidos criogénicos más comunes: He líquido (LHe) como fluido final de enfriamiento y N₂ líquido (LN₂) en el pre-enfriamiento y blindaje térmico.

2.2.1 Recuperación del He

La Figura 2.5a sintetiza el ciclo del He en el laboratorio. El LHe es primeramente transferido a los distintos equipos de medida, en este caso hay 3 en el sistema: un criostato de 9T para medidas de transporte (el usado en esta tesis), un MPMS y un PPMS, los dos últimos de la marca Quantum Design y pertenecientes al CAI de Técnicas Físicas. La evaporación del He de los distintos equipos es recuperada y almacenada, para pasar luego a su licuación en el licuefactor. Una vez éste se

(a)



(b)

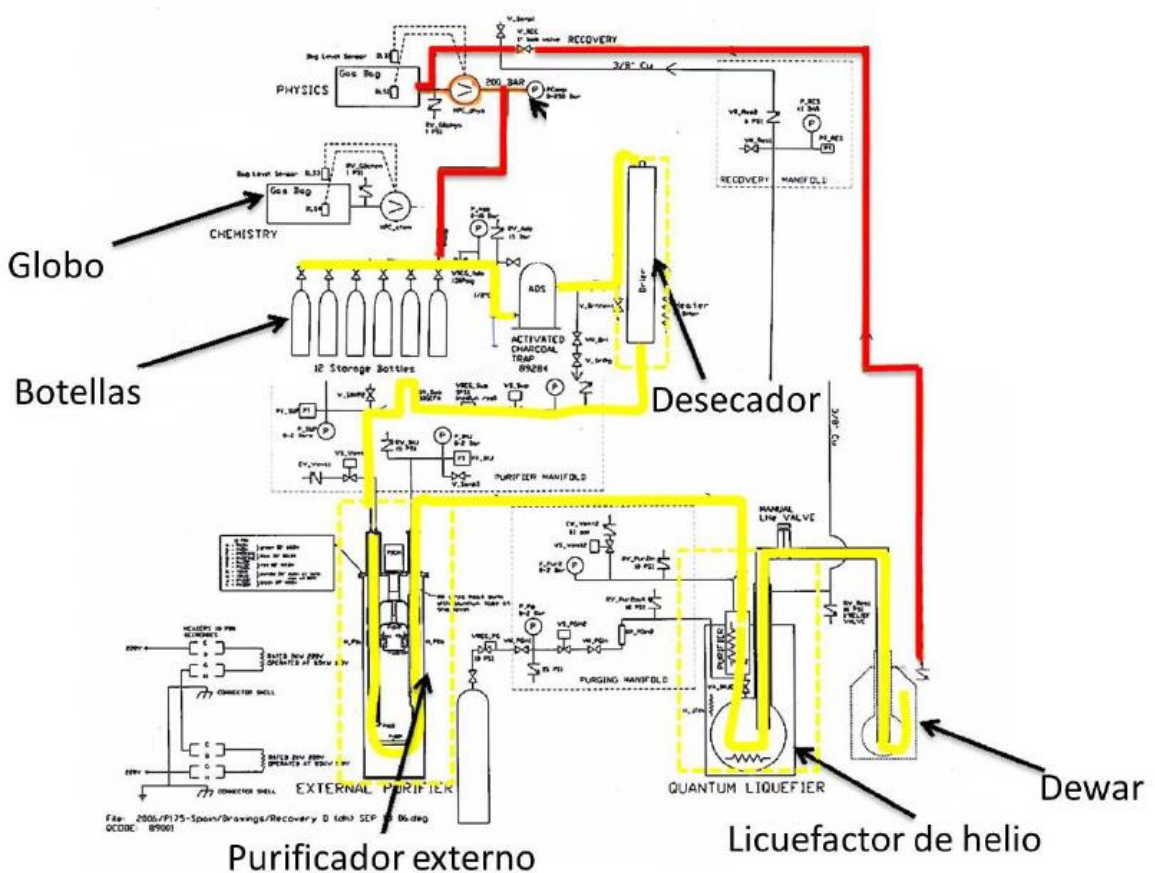


Figura 2.5. (a) Representación esquemática del ciclo del He en las instalaciones. (b) Representación pormenorizada del sistema completo de recuperación-licuación. En rojo las líneas de recuperación. En amarillo las líneas de licuación.

llena, se carga el LHe en un Dewar de transporte desde donde se puede volver a transferir a los equipos, y el ciclo se cierra. Este sistema de recuperación-licuación permite ahorrar grandes volúmenes de He.

La Figura 2.5b muestra de manera más detallada este ciclo del He. En rojo está marcada la fase de recuperación, que consta de globo, compresor y cilindros. El gas evaporado de los equipos es recogido a través de tuberías metálicas y canalizado hasta un globo de recuperación con capacidad de recoger hasta 5 litros de LHe evaporado. Un sensor fotoeléctrico vigila la altura del globo, de tal manera que cuando ésta sobrepasa cierto nivel el compresor recibe la orden de encenderse, el He es comprimido a alta presión (150 Bar) en un sistema de cilindros de alta presión. La utilización de un globo permite variar el volumen del sistema de recuperación, lo que tiene dos ventajas: mantiene una presión constante a la salida de los equipos y es capaz de absorber evaporaciones rápidas producidas durante las transferencias o de manera accidental. Su principal desventaja respecto a los sistemas de volumen constante es una mayor contaminación del Helio recuperado (al no haber sobrepresión y por el propio material del globo).

2.2.2 Ciclos de refrigeración

La manera de obtener bajas temperaturas para licuar el He se consigue mediante ciclos de refrigeración cerrados. En el licuefactor usado se usan 2 ciclos: el Gifford-McMahon (GM) y el Joule-Thompson (JT), usando como fluido de trabajo He gas de alta pureza (>99.999%), en ciclo cerrado. Es decir, este He no se mezcla con el que se licúa y luego recupera, de pureza muy inferior (>99%)

El ciclo GM se basa en el calor que absorbe el fluido de trabajo al realizar trabajo como consecuencia de su expansión. Consiste en 2 elementos: un compresor que mantiene dos líneas: una de alta y otra baja presión (20 y 5 Bar respectivamente) y la denominada cabeza fría. En el interior de ésta, un cilindro (llamado regenerador/desplazador) se mueve de arriba y abajo. El cilindro está perforado por una red de túneles por los que el Helio es forzado a pasar cada vez que el cilindro se mueve hacia arriba o hacia abajo en el interior de la cabeza fría. Al moverse hacia arriba, fuerza al He gas a bajar al extremo inferior, que está en contacto térmico con el foco frío. Al bajar, le fuerza a subir y entrar en contacto térmico con el foco caliente (el aire de la habitación). El regenerador tiene una muy alta capacidad calorífica: de esta manera fuerza al Helio a recoger gran cantidad de calor cuando le desplaza hacia arriba, y a dejar calor cuando le obliga a bajar hacia el foco frío.

El ciclo GM se divide en 4 pasos (Figura 2.6a):

- [1] El He frío en la zona baja, a una presión de 5 bar, es desplazado por el regenerador hacia la zona alta, pero al subir absorbe gran cantidad de calor del regenerador (que se enfría), y llega arriba parcialmente caliente
- [2] En el momento que está arriba, se cierra la entrada de baja presión y se abre la de alta, presurizando el espacio. La compresión calienta el He por encima de temperatura ambiente, por lo que cede calor al foco caliente.
- [3] El regenerador (que está frío por la anterior ascensión de He), se desplaza hacia arriba, forzando al He a bajar enfriándose a través de él (con lo que el regenerador se calienta).
- [4] Una vez abajo y parcialmente frío, se cierra la entrada de alta presión y se abre la de baja, descomprimiendo el He que, al hacer trabajo se enfría por debajo de la temperatura del foco frío, extrayendo calor de él.

La cabeza fría consta en realidad de dos focos fríos con los que intercambia calor: uno hacia mitad de altura (primera etapa) y otro en la parte baja (segunda etapa). La segunda etapa es la más fría, pero soportará una carga térmica (Calor absorbido por unidad de tiempo) muy inferior. Las cabezas frías GM del licuefactor, cuando éste licúa a velocidad normal con la carga térmica que eso conlleva, son capaces de mantener 100 y 10 K en primera y segunda etapa respectivamente.

El problema del ciclo GM a bajas temperaturas radica en la rápida disminución del calor específico del regenerador por debajo de 10 K. La carga térmica que podrán soportar será cada vez menor. Para licuar He es necesario absorber gran cantidad de calor latente a 4.2 K, por lo que otro tipo de ciclo es necesario, el JT

Éste hace uso del efecto Joule-Thompson. En una expansión libre y adiabática, para gases no ideales, se produce un cambio de temperatura. Cuando la temperatura inicial es alta, tras la expansión aumenta; por el contrario, a bajas temperaturas iniciales, disminuye. La temperatura inicial para la cual se produce el cambio de calentamiento a enfriamiento se denomina temperatura de inversión, 32 K en el caso del He. En el circuito JT del licuefactor, un compresor proporciona dos líneas, una de alta (20 bar) y otra de baja presión (0.5 bar). El He puro proveniente de la salida de alta presión es enfriado por debajo de su temperatura de inversión intercambiando calor (a través de láminas de cobre) con la primera y segunda etapas de las cabezas frías GM (Figura 2.6b). Tras ello sufre una rápida descompresión (baja a 0.5 bar) al pasar por una válvula de aguja, lo que debido al

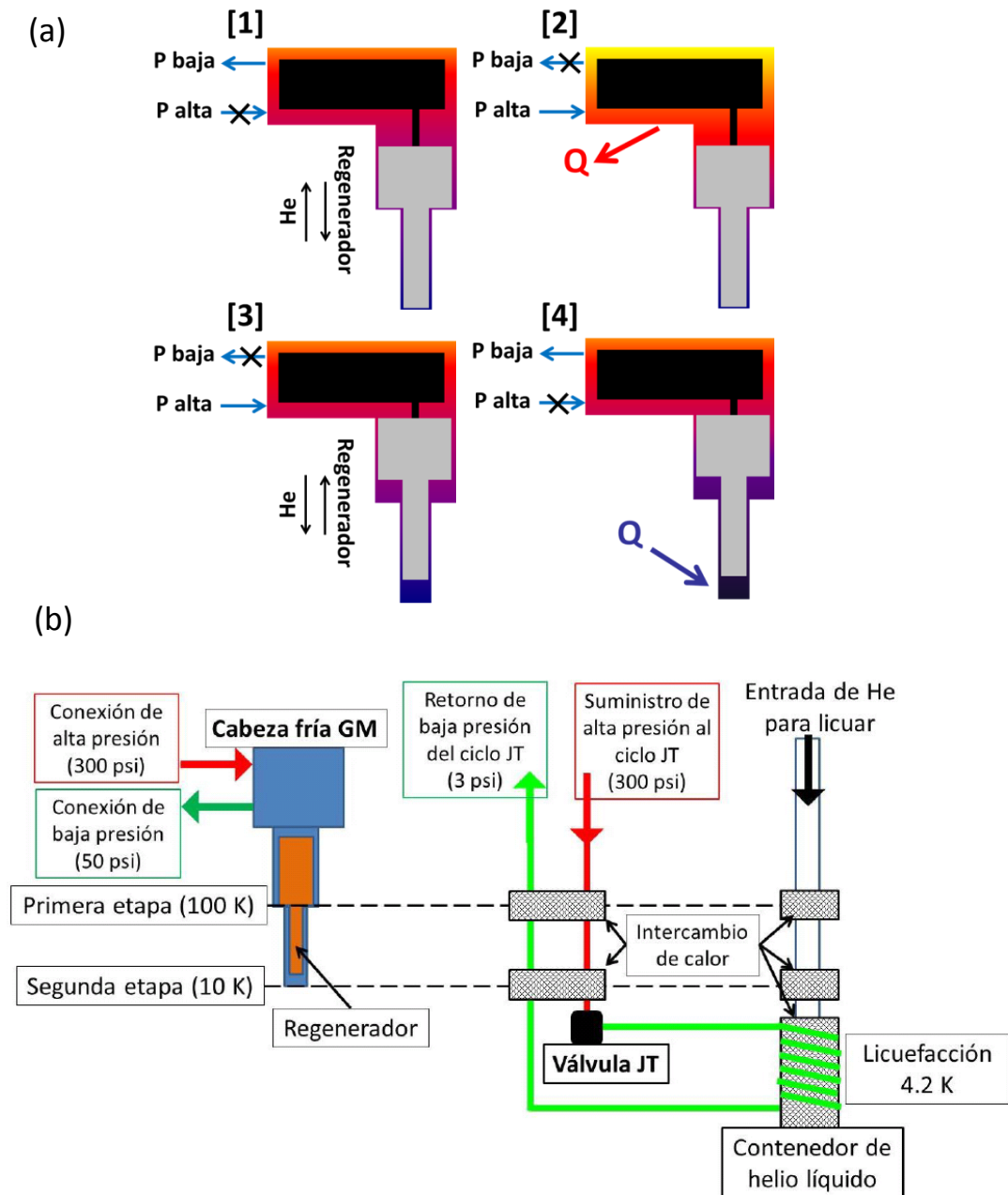


Figura 2.6. (a)Ciclo de refrigeración Gifford-McMahon. (b) Conexiones térmicas entre los ciclos de refrigeración GM y JT. Es una simplificación, pues el licuefactor consta de 3 circuitos GM. La línea discontinua indica las conexiones térmicas, consistentes en láminas de cobre

efecto JT disminuye la temperatura por debajo de la temperatura de licuación. Las tuberías de este He frío se encuentran en contacto térmico con el Dewar interno del licuefactor, formando un serpentín a su alrededor.

2.2.3 Purificación y licuación del He

Una vez recuperado y almacenado en cilindros de alta presión, el He se vuelve a licuar. No obstante, durante el proceso de recuperación, la pureza se ha reducido considerablemente. Si se intentase licuar el He recuperado directamente, las impurezas de H_2O , N_2 , O_2 y CO_2 cristalizarían en las tuberías de enfriamiento bloqueando el sistema. El He debe de purificarse.

Tras salir de las botellas y regularse su presión a 10 bar, el gas atraviesa un *oil adsorber* que retira las impurezas de hidrocarburos (provenientes en su mayoría del aceite del compresor y el material del globo). Tras él pasa a través de un desecador que absorbe las trazas de agua que pueda contener, después de lo cual su presión es reducida a 1300 mbar. En ese punto entra en el purificador externo: un cilindro de doble camisa separadas por vacío y a una temperatura de 35-45 K, gracias a una cabeza fría GM (Figura 2.5b). Este cilindro se encuentra relleno de un aluminosilicato poroso (2-3 Å de tamaño de poro) que sólo deja pasar los átomos de He. Mantener una temperatura en esta fase por debajo de 50 K es fundamental para evitar la desorción de impurezas.

Del purificador externo pasa al cuerpo del licuefactor propiamente dicho. Éste también tiene forma cilíndrica. En su interior (en alto vacío) se encuentra el Dewar interno donde se acumula el LHe, y los distintos intercambiadores de calor. El He entra al licuefactor a través de una columna vertical para favorecer la estratificación por temperaturas. A medida que baja por la columna entra en contacto térmico con las primeras (100 K) y segundas (10 K) etapas de las 3 cabezas frías GM. Al llegar al cuello del Dewar a 10 K, es enfriado aún más intercambiando calor con el gas proveniente del ciclo JT, condensándose y goteando. Al licuarse baja la presión del Dewar, lo que succiona el He de arriba, haciéndolo bajar y enfriarse. La propia licuación es el motor que mantiene un flujo de He gas constante, acumulándose 1 l/h de LHe.

Tras un uso continuado, las impurezas pueden acumularse y atascar la columna. El único remedio para ello es apagar el equipo y esperar a que se caliente. Una vez a temperatura ambiente, se realiza una purga del sistema haciendo vacío en todos los conductos y ventilándolos con He en la dirección opuesta a la normal. Esto elimina las impurezas y el licuefactor puede encenderse de nuevo.

2.2.4 Licuación de N₂

El nitrógeno para licuar se obtiene del propio aire. Éste es comprimido en un contenedor metálico a una presión de 10 bares para aumentar la presión de vapor del agua y facilitar su condensación en el fondo. El aire sale del contenedor por una línea que, tras pasar por un condensador eléctrico que retira el resto del agua y un *oil adsorber* para evitar contaminación del compresor, entra en una membrana de difusión. Esta membrana tiene una velocidad de difusión mucho más baja para el N₂ que para el O₂ y el CO₂, lo que hace que éstos abandonen la membrana hacia el exterior. De esta manera se obtiene N₂ relativamente puro, que a continuación entra directamente al dewar interno del licuefactor.

Este licuefactor cuenta únicamente con una cabeza fría GM de una etapa, anclada térmicamente al cuello del dewar, donde el N₂ se condensa. Debido a que la mínima temperatura alcanzada son 77 K, éste licuefactor no presenta los problemas de atascos que sí tiene el de He.

2.3 Medidas de transporte a bajas temperaturas

Una vez fabricada la muestra y obtenidos los líquidos criogénicos, ya es posible realizar medidas de transporte a bajas temperaturas.

2.3.1 Criostato

Las medidas de transporte se han realizado en un criostato comercial de la marca Cryogenic en el Laboratorio de Superconductividad y Películas Delgadas. Es un criostato de baño de Helio, con un *insert* de flujo continuo y temperatura variable equipado con un solenoide superconductor capaz de generar un campo de 9T.

Puede dividirse el criostato en dos partes principales (Figura 2.7): el contenedor de He y el VTI (*variable temperature insert*). El contenedor de He consiste en un cilindro hueco de doble pared entre las cuales ha de mantenerse un vacío mejor que 10⁻⁵ mbar para evitar pérdidas por conducción o convección. En el hueco interior es donde almacena el He y se inserta el VTI. La pared exterior está a temperatura ambiente, mientras que en la interior hay un gran gradiente de temperatura: la parte superior está a 300 K y la inferior a 4.2 K. Para evitar pérdidas por conducción estas paredes están fabricadas de acero inoxidable, material muy usado en criogenia debido a su baja conductividad, especialmente a bajas temperaturas.

Entre las dos camisas se encuentra, en la parte superior del cilindro, un depósito para LN₂ que se ha de mantener lleno durante el funcionamiento y que está

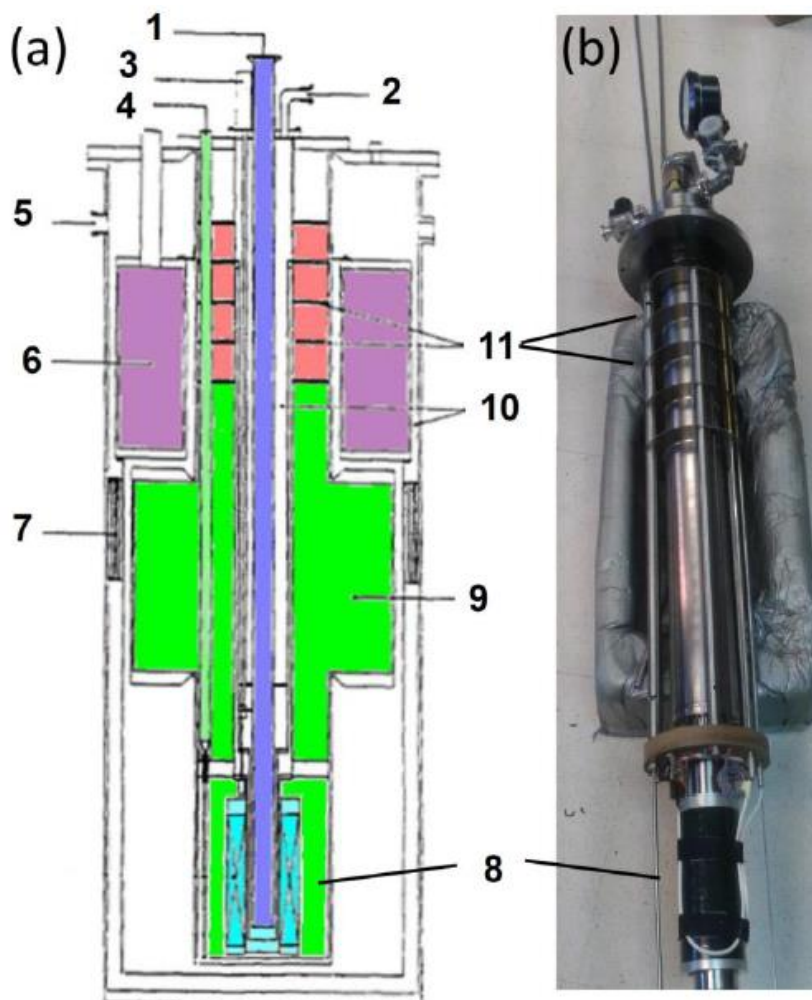


Figura 2.7. (a) Esquema del criostato completo y (b) fotografía del VTI. 1) Espacio para la muestra. 2) Puerto de succión de la rotatoria. 3) Válvula de aguja. 4) Orificio para la transferencia de LHe. 5) Válvula para bombear en la camisa de vacío. 6) Depósito de LN₂. 7) Superaislante. 8) Solenoide superconductor. 9) Espacio para el LHe. 10) Camisas de vacío. 11) Placas para limitar la convección.

anclado térmicamente al cuello superior de la pared interna. Este depósito a 77 K tiene dos funciones. La primera, absorber gran parte del calor que desciende a través de la pared interna: además de ser preferible evaporar LN_2 que LHe , el primero tiene un gran calor latente de vaporización, haciéndolo ideal para este tipo de blindajes. La segunda es mantener a 77 K una pantalla de aluminio que se encuentra en el espacio vacío entre las dos paredes. Esta pantalla tiene como objeto absorber la radiación térmica emitida por la pared externa, que está a temperatura ambiente. Puesto que la potencia radiada evoluciona como T^4 , se reduce 200 veces la carga térmica por radiación a la pared interna, en contacto con el LHe . Mantener el depósito de LN_2 lleno es fundamental para evitar perder el LHe rápidamente.

El VTI (Figura 2.7b) va inserto en el hueco del cilindro contenedor, y su parte inferior está en contacto con el LHe . A semejanza del contenedor tiene forma cilíndrica y dos paredes separadas por una camisa de vacío. El hueco central es el espacio donde se coloca la muestra. La pared externa del VTI está en contacto con el LHe , y en su base se encuentra una abertura regulada por una válvula de aguja que se acciona desde el exterior. Ésta válvula regula el flujo de LHe que, a través de un capilar que atraviesa la camisa de vacío, entra en el espacio de la muestra.

La temperatura a la que entra el flujo de He es regulada con un *heater* y, tras recorrer de abajo a arriba el espacio de la muestra (termalizando a su paso la muestra a la temperatura deseada), es evacuado por una bomba rotatoria. La versatilidad de la combinación LHe -Heater permite trabajar en el VTI en un rango de temperaturas entre 1.3 y 300 K.

En la base del VTI se encuentra además el solenoide superconductor, que permite generar un campo de 9T. Éste tiene dos modos de funcionamiento: variable y permanente. Cambiar de un modo a otro es posible gracias a un *heater switch* (Figura 2.8), consistente en un cable superconductor que une los dos polos del solenoide y que está unido térmicamente a una resistencia que hace de *heater*. Si el *heater* está encendido el cable se calentará, dejando de ser superconductor, por lo que la corriente suministrada por una fuente externa preferirá pasar por el solenoide, que se mantiene en estado superconductor, de esta manera a través de la fuente externa se puede variar el campo. En cambio, con el *heater* apagado, la corriente viajará a través del *switch*, cerrando el circuito del solenoide y la fuente puede apagarse. El campo que había cuando se apagó el *switch* quedará atrapado de manera prácticamente indefinida. Este modo es ideal para trabajar largos periodos a campo constante, evitando el ruido de la fuente, además de la evaporación producida por el *heater*.

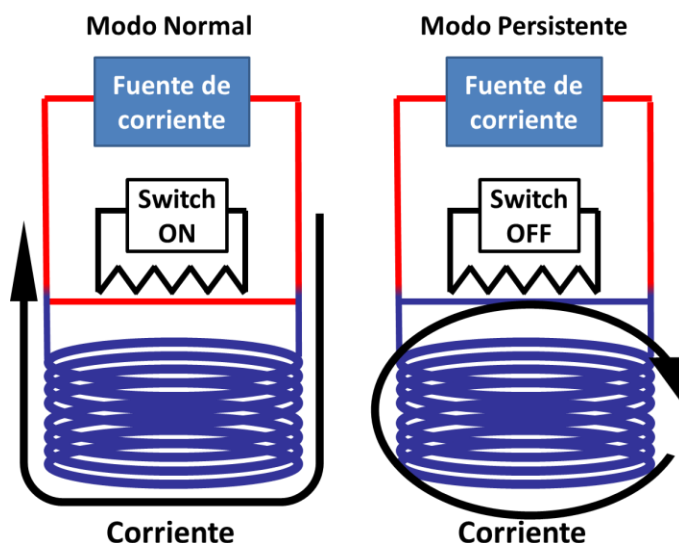


Figura 2.8. Modos normal y persistente de funcionamiento del solenoide

2.3.2 Transferencia del Helio

El LHe almacenado en el Dewar ha de transferirse al criostato para medir, que ha de estar preparado con antelación. Para ello, si el criostato está a temperatura ambiente es conveniente bombear con una bomba turbomolecular las camisas del vacío del contenedor y el VTI para asegurar un buen vacío, y después introducir LN_2 en el contenedor (no el depósito de LN_2). Puesto que es mucho más sencillo de obtener, usar nitrógeno líquido economiza el gasto de LHe preenfriando el equipo a 77K. Tras unas 12 horas de termalización, se extrae el LN_2 del contenedor y se introduce en el depósito superior. Es importante asegurarse que todo el LN_2 está fuera antes de meter LHe (pues de lo contrario puede congelarse imposibilitando la transferencia), lo que se logra gracias a un *heater* y un termómetro en la base del criostato. Después se puede empezar a transferir el Helio.

Transferir LHe bien para minimizar las pérdidas por evaporación es mucho más complicado que transferir LN_2 . Ello se debe a la gran diferencia en los calores latentes: al contrario que con el N_2 , hace falta muy poco calor para evaporar el He en su punto de ebullición. Esto obliga a modificar la estrategia de transferencia: para el LHe debe ser muy lenta. Para pasar de 4.2 a 300 K, el He gas debe

multiplicar su volumen 75 veces, mientras que el N_2 sólo 4. Esto implica que el Helio gas ha de hacer gran cantidad de trabajo $P \cdot \Delta V$ para llegar a temperatura ambiente, es decir, necesita absorber mucho calor no sólo para aumentar su temperatura sino para realizar trabajo.

Lo ideal es que ese calor sea absorbido del solenoide, las paredes del criostato y el VTI para enfriarlos, y no del exterior. Un trasvase lento favorece el intercambio de calor entre el He gas frío ascendente y el criostato. Hacerlo demasiado rápido hará que el gas abandone el equipo a una temperatura muy baja que se podría haber aprovechado. En el sistema usado en esta tesis, además, una trasvase lento dará margen al compresor de recuperación para comprimir el He en las botellas y evitar la ruptura del globo por sobrepresión.

2.3.3 Proceso de medida y adquisición de datos

La muestra a medir debe estar bien centrada en el centro de campo creado por el solenoide y en frente del capilar de entrada del flujo de Helio. Sólo de esa manera se logra un campo uniforme y una buena termalización. Para ello la muestra, tras ser contactada (con soldador de indio o tintura de plata según el caso), es montada en un portamuestras de medición (Figura 2.9). Ésta consiste en una varilla de acero hueca, por cuyo interior pasan los cables de contacto y del termómetro. Las medidas de transporte son realizadas siempre con 4 puntas: introduciendo corriente por 2 y leyendo la caída de potencial en otras 2, con la precaución de cancelar el valor del voltaje termoeléctrico. El sistema de medida fuera del criostato consiste en los siguientes equipos (Figura 2.9):

- Fuente de corriente Keithley 6221 ac: permite introducir corrientes de 1 pA hasta 100 mA, tanto en dc como en ac (o forma arbitraria de onda) desde 1 Hz hasta 100 kHz. Tiene también la posibilidad de realizar rampas lineales o logarítmicas, y pulsos cortos desde 50 μ s.
- Fuente de corriente Keithley 220: fuente dc con rango de 1 pA a 100 mA. Se ha usado en combinación con la anterior para generar corrientes de ángulo variable (una fuente para la componente x y otra para la y).
- Nanovoltímetro Keithley 2182a: voltímetro con precisión de nV y dos canales de lectura. Tiene la posibilidad de trabajar sincronizado con el Keithley 6221 ac: lo que permite agilizar la toma de datos, cancelar los ruidos de la red eléctrica y realizar I-V pulsadas.
- Controlador de temperatura Lakeshore 350: permite la lectura de 2 termómetros simultáneamente y controla la potencia suministrada al *heater* de la válvula de aguja con el fin de estabilizar en una cierta temperatura de *setpoint*. La potencia que suministrará viene dada por:

$$Potencia(T) = P \cdot (T_{Setpoint} - T) + I \cdot \int (T_{Setpoint} - T) dt + D \cdot \partial(T_{Setpoint} - T) / \partial t$$

donde P, I y D son parámetros que deben ajustarse según el rango de temperaturas. Con buenos P, I, D la estabilidad en temperatura es en torno a 1 mK para una presión de 2 mbar en el espacio de la muestra.

- Fuente de potencia Keithley 2420: se ha usado para introducir corrientes pequeñas al solenoide y controlar campos bajos con precisión
- Fuente de corriente Cryogenic: puede introducir en el solenoide hasta 90 A para generar altos campos magnéticos.
- Controlador de Pirani Leybold: se ha usado para controlar la presión de He en el espacio de la muestra

A excepción del controlador del Pirani, el resto de equipos están conectados entre sí y con el ordenador de medida mediante bus GPIB. Cada uno de ellos tiene asignada una dirección IP que lo identifica unívocamente. La comunicación con los instrumentos se realiza a través de programas en un entorno Labview. Cada programa es específico para cada tipo de medida, sincronizando los distintos equipos en función de lo que se desee hacer. Así, según la medida se han hecho programas para medir:

- Resistencia vs Temperatura
- Resistencia vs Temperatura en dos direcciones
- Resistencia vs Campo Magnético
- Voltaje vs Corriente: lineal y logarítmico
- Voltaje vs Corriente en dos direcciones
- Corriente crítica vs Campo Magnético
- Corriente crítica vs Temperatura
- Voltaje dc vs Corriente ac
- Voltaje dc vs Frecuencia ac

La salida de datos de estos programas tiene formato .txt y se puede analizar con facilidad con cualquier software tipo Origin.

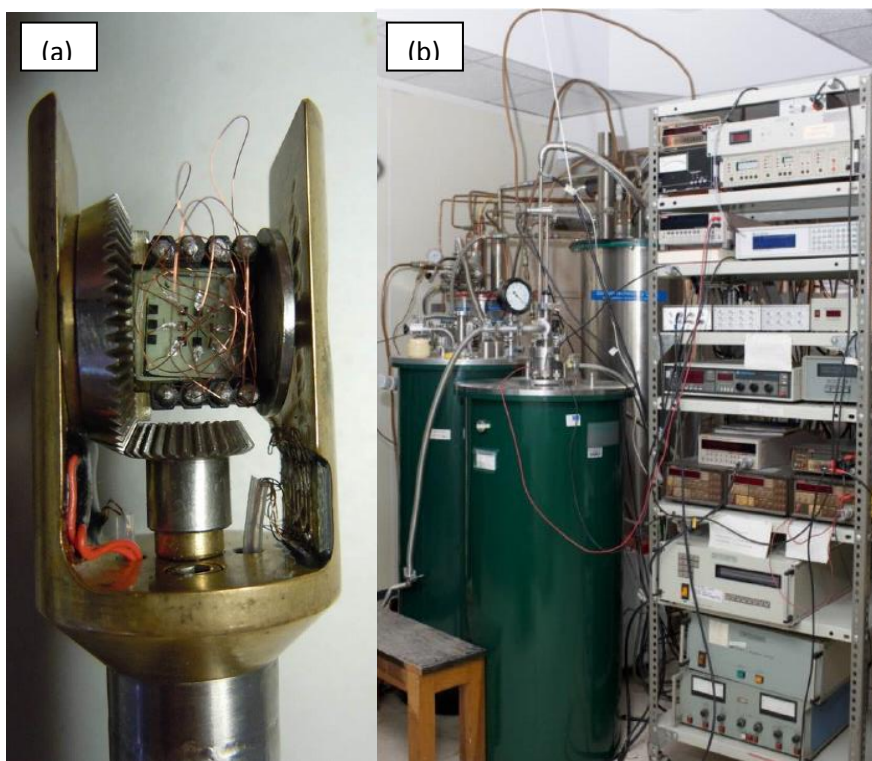


Figura 2.9. (a) Muestra contactada y montada en el portasubstratos rotatorio (precisión de 1 grado) de medida, que se utilizará en el capítulo 3 para medidas en monocristales de NbSe_2 . (b) Sistema completo de medida: criostato y electrónica.

2.4 Caracterización magnética

2.4.1 SQUID

La magnetometría SQUID permite medir de manera cuantitativa el momento magnético a lo largo de un eje. Las medidas de SQUID de esta tesis han sido realizadas en un MPMS de Quantum Design, perteneciente al CAI de Técnicas Físicas de la UCM. Este equipo usa rf-SQUID para alcanzar una resolución de 10^{-7} emu, con la posibilidad de aplicar campos de hasta 5 T y temperaturas en el rango 1.3 - 800 K. El MPMS consiste en VTI con solenoide superconductor sumergido en un criostato de baño de He. En el área del VTI rodeada por el solenoide se sitúan las bobinas sensoras. La muestra se hace oscilar en el interior de estas bobinas, induciendo un voltaje en ellas. Ésta señal es trasladada a una zona del baño de He blindada de los campos del solenoide, donde es de nuevo transducida, de voltaje a flujo, estando éste acoplado al SQUID. El SQUID rf consta de una única unión Josephson integrada en un circuito superconductor acoplado inductivamente a un circuito resonante LC excitado por una corriente rf. A medida que el flujo a través del SQUID es variado, éste disipa energía con una periodicidad ϕ / ϕ_0 , modificando el factor de calidad del circuito resonante. Esto produce un aumento del voltaje rf, que es detectado por la electrónica del sistema.

2.4.2 Microscopía de fuerza magnética (MFM)

Se ha usado MFM para la caracterización del estado remanente de los triángulos de Co/Pd de esta tesis con la colaboración de la profesora María Vélez de la Universidad de Oviedo. Para ello se ha usado un equipo de AFM modelo Dulcinea de la marca Nanotec, perteneciente a los Servicios Científico-Técnicos de dicha universidad. La base de funcionamiento de la técnica MFM es similar al de un AFM, detallado esquemáticamente en la figura 2.10.

La topografía de la muestra se mide por medio de una punta (con radio del orden de pocas decenas de nm) al final de un cantiléver cuyo movimiento es controlado por un tubo piezoeléctrico. Para medir la deflexión se utilizan un haz láser y un fotodiodo dividido en cuatro cuadrantes: antes de cada medida se deben alinear cantiléver y diodo de tal manera que el haz incida sobre el cantiléver y la reflexión sobre el centro del fotodiodo. Al acercar el cantiléver a la superficie empezará a interactuar con ésta y se doblará como consecuencia de las fuerzas que sienta. La deflexión del cantiléver produce un cambio en el haz reflejado, que ya no incidirá en el centro de los cuadrantes del fotodiodo. Comparando las intensidades relativas de cada uno de los cuadrantes es posible deducir la deflexión mediante una lectura de voltaje $(A+B)-(C+D)$, que será linealmente proporcional a la fuerza.

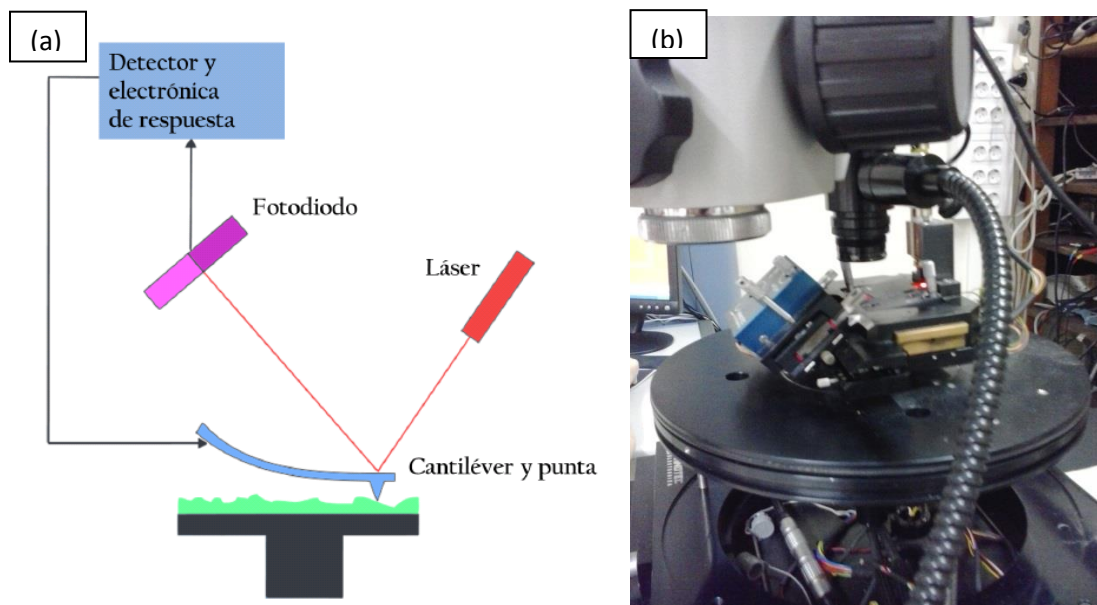


Figura 2.10. (a) Montaje experimental esquemático para realizar AFM. (b) Equipo Nanotec utilizado para hacer MFM

Hay dos modos fundamentales de operar el AFM, estático y dinámico. En el modo estático, la punta es bajada hasta que se deflexa un determinado valor. En ese momento el piezo eléctrico comienza a escanear la superficie a estudiar, mientras que un circuito de retroalimentación controla la posición en el eje Z con el fin de mantener la deflexión constante. De esta manera, las variaciones en Z que haya tenido que hacer el piezoeléctrico se pueden interpretar directamente como la topografía de la superficie. La gran desventaja de este modo de funcionamiento son las excesivas fuerzas laterales ejercidas, que pueden dañar tanto la punta como la muestra.

Este problema se puede evitar midiendo en modo dinámico. Más concretamente las muestras se han medido en modo de no-contacto, esto es, a una mayor distancia de la muestra, en el rango atractivo de las fuerzas de Van der Waals. En este modo el cantilever es excitado por el piezoeléctrico algo por encima de su frecuencia de resonancia (del orden de decenas de kHz), y la amplitud de su deflexión medida usando un *Lock-In* a la salida del fotodiodo. Al bajar la punta, ésta interacciona con la superficie, lo que desplaza su frecuencia de resonancia, reduciendo o aumentando la amplitud de su oscilación según sea atractiva o repulsiva esta interacción. Para estudiar la topografía de la superficie, se hace el barrido tratando en este caso de mantener constante la amplitud de esa oscilación a través de un circuito de *feedback* controlado por parámetros P y I. Tanto los

movimientos que se han realizado en el eje Z para mantener la amplitud como el desfase de la deflexión respecto a la señal de excitación aportan información sobre la topografía de la muestra.

Para realizar MFM, la punta ha de tener un recubrimiento magnético (generalmente Co o Ni) que la haga sensible al campo de fugas generado por la muestra. La fuerza que sienta la punta vendrá dada por:

$$\vec{F} = \mu_0(\vec{m} \cdot \nabla) \cdot \vec{H}$$

Aunque esta fuerza dipolar tiene un alcance mucho mayor que las fuerzas de Van der Waals, éstas son dominantes para distancias pequeñas. Así pues, para realizar MFM se ha de medir a una altura del orden de decenas de nm por encima de la superficie. Para ello, se debe escanear dos veces cada línea: en una primera pasada, la punta es desplazada cerca de la muestra manteniendo constante la amplitud para obtener el perfil topográfico de la línea; en la segunda, realiza de nuevo el recorrido siguiendo el perfil de la primera, pero a mayor altura, de tal manera que las fuerzas de Van der Waals sean despreciables. Las fuerzas magnéticas desplazarán la frecuencia de resonancia, reduciendo o aumentando la amplitud de oscilación según el signo del campo. De esta manera es posible obtener una imagen de contraste de la intensidad local del campo que proporcione información sobre el estado magnético.

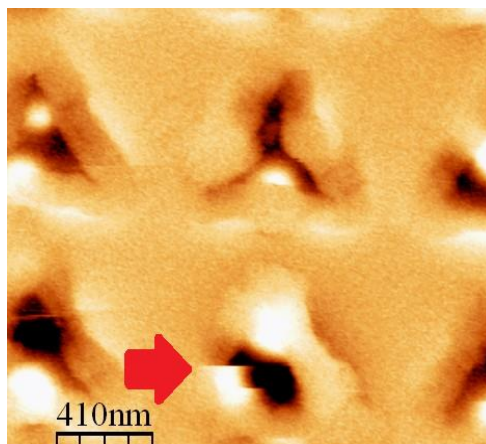


Figura 2.11. Imagen MFM de triángulos de multicapa [Co 4 Å/Pd 6 Å]x40. La flecha roja señala un corrimiento de pared de dominio causado por el escaneo de la punta

Varios problemas limitan esta técnica. Uno de ellos es la limpieza de las muestras, especialmente importante en este caso, al tratarse de MFM de estructuras

litografiadas. Restos inevitables de resina o imperfecciones generadas en el poceso de *lift-off* producen perfiles topográficos distintos al del propio material magnético, de tal manera que el segundo barrido para obtener la imagen magnética puede en ocasiones realizarse a demasiada altura, lo que resulta en una pérdida de contraste. Otro de los problemas es el desplazamiento de las paredes magnéticas ocasionados por la magnetismo de la punta. Este efecto es especialmente relevante en el caso de barridos lentos, comprometiendo la interpretación de los resultados (Figura 2.11).

2.4.3 Object Oriented Micromagnetic Framework (OOMMF)

Se usado la plataforma OOMMF para simular el estado magnético de algunas de las muestras. El OOMMF está basado en la teoría micromagnética, en la que el material es dividido en celdas de volumen V , a cada cual se le asigna un momento magnético $\mu = M_s \cdot V$, siendo M_s la imanación de saturación del material. La energía total del sistema será la suma de las energías de intercambio, anisotropía magnetocristalina, Zeeman y magnetostática de cada celda:

$$E = E_{intercambio} + E_{Anisotropía} + E_{Zeeman} + E_{Magnetostática}$$

OOMMF ofrece gran flexibilidad a la hora de plantear el problema a resolver: permite constantes de intercambio dependientes de la dirección y variables en el espacio; contempla distintos tipos de anisotropía y permite una distribución aleatoria de los ejes fáciles; incluso es posible cargar el diseño de problemas bidimensionales a partir de bitmaps. Una vez planteado el problema en un lenguaje propio de la plataforma éste es resuelto usando la ecuación dinámica de Landau-Lifshitz:

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = -\gamma \vec{M} \times \vec{H_{eff}} - \frac{\gamma\alpha}{M_s} \vec{M} \times (\vec{M} \times \vec{H_{eff}})$$

donde M_s es la imanación de saturación, γ el ratio giromagnético y α un coeficiente de decaimiento que se puede variar en función de la simulación. Un α bajo favorecerá una mejor convergencia a una configuración más realista; α excesivamente alto acelerará el cálculo, pero a costa de crear artefactos en la solución. Por otro lado $\vec{H_{eff}}$ es el campo local que el momento magnético siente, y viene dado por:

$$\overrightarrow{H_{eff}} = -\frac{1}{\mu_0} \frac{dE}{d\vec{M}}$$

El programa resuelve la anterior ecuación por iteración a partir de una configuración inicial ajustable, hasta que \vec{M} converja hacia $\overrightarrow{H_{eff}}$ por debajo de un valor determinado. Este proceso se repite para cada uno de los campos magnéticos que se hallan elegido. De esta manera es posible visualizar la ordenación local de la imanación, así como obtener magnitudes globales con las que realizar ciclos de histéresis, etc.

2.5. Caracterización estructural

Se ha usado difracción y reflectometría de rayos X para estudiar los espesores y cristalinidad de las películas crecidas durante la tesis. Estas medidas se han realizado en el equipo X'Pert Pro MRD perteneciente al CAI de Difracción de Rayos X de la UCM.

El equipo consiste en una plataforma sobre la que la muestra se coloca, una fuente de rayos X y un detector. La fuente de rayos X consiste en una pieza de cobre hacia la cual es acelerado un haz de electrones bajo un voltage de 20 a 60 kV. Al penetrar en la pieza, serán capaces de excitar electrones de las capas interiores de los átomos de Cu. Ese hueco es rápidamente relleno por uno de los electrones de las capas superiores, emitiendo un fotón de energía característica. En el caso de la fuente de Cu, se utiliza la línea espectral $K\alpha_1$, con una longitud de onda de 1.54 Å. El resto de líneas espectrales, así como el fondo ocasionado por el *bremstrahlung*, son eliminados mediante filtros, y el haz alineado usando espejos. El detector consiste en un dispositivo de Germanio.

Tanto la muestra como el detector están montados sobre goniómetros de alta precisión de tal manera que los ángulos entre haz incidente, planos de la muestra y detector se pueden variar. Las medidas realizadas están tomadas en configuración θ - 2θ , en la que el ángulo del detector es variado al doble de velocidad que el ángulo de la muestra, de tal manera que es posible obtener información sobre los planos paralelos a la superficie.

2.5.1 Difracción de rayos X

Al incidir en la muestra el haz con vector de onda \vec{K}_I se difractará. Las vectores de onda para los cuales habrá difracción, \vec{K}_D , serán aquéllos para los que la interferencia sea constructiva, es decir $\vec{K}_I - \vec{K}_D$ ha de ser un vector de la red recíproca del cristal, con la condición de que $|\vec{K}_I| = |\vec{K}_D|$. Usando la conocida

representación de la esfera de Ewald es sencillo visualizar los picos que se obtendrán.

Al trabajar en configuración θ - 2θ , el vector $\vec{K}_I - \vec{K}_D$ apunta en la dirección perpendicular al plano de la muestra, por lo que únicamente se detectarán los picos de difracción de los planos paralelos a la superficie (Figura 2.12). En el caso de esta tesis, todas las muestras crecidas por sputtering son policristalinas, por lo que el plano cristalino orientado en paralelo a la superficie varía en general de manera aleatoria y es posible identificar picos de varios planos.

Además de comprobar la cristalinidad o fase de las películas (Figura 2.13a), se ha usado esta técnica para estimar el tamaño del grano usando la fórmula de Scherrer que relaciona el tamaño de grano D con la longitud de onda de los rayos X (λ), el ángulo (θ), y el ensanchamiento a media altura del correspondiente pico (B):

$$D = \frac{0.94 \lambda}{B \cos(\theta)}$$

Este tamaño de grano es útil para estimar un límite superior al recorrido libre medio del electrón (l), de gran importancia en superconductividad.

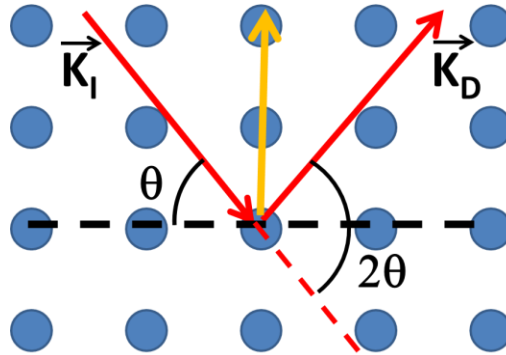


Figura 2.12. Representación esquemática de una medida en configuración θ - 2θ . Los puntos azules representan el espacio recíproco. El detector gira el doble de rápido que la muestra para mantenerse a un ángulo 2θ . Cada vez que $\vec{K}_D - \vec{K}_I$ (flecha amarilla) toma un valor de la red recíproca se observa un pico de difracción.

2.5.2 Reflectometría de rayos X

Para ángulos rasantes de incidencia, el vector $\vec{K}_I - \vec{K}_D$ toma valores muy bajos, correspondientes a largas periodicidades. Esto permite obtener información el espesor t de la muestra. La interferencia entre las reflexiones provenientes de la

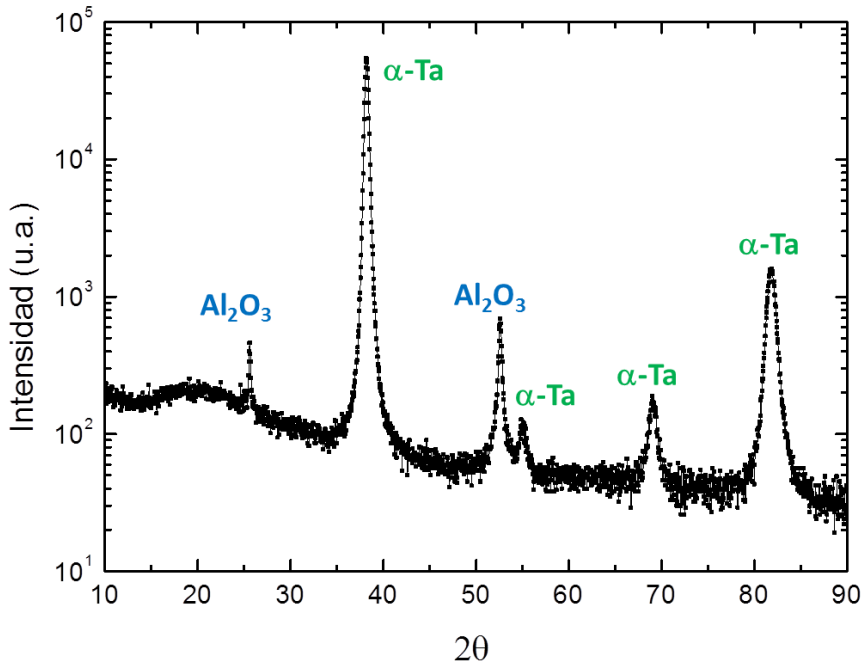


Figura 2.13. XRD para una muestra de tántalo crecida sobre un sustrato de zafiro. Los picos de difracción muestran que las condiciones de crecimiento han sido las adecuadas para conseguir la fase α -Ta, de mucha mayor T_c que la β -Ta, de la cual no se observa pico alguno. A partir de la fórmula de Scherrer es posible estimar un tamaño de grano de 23 nm.

superficie de la película y de la superficie en contacto con el sustrato producirá una serie de oscilaciones que se podrán ajustar a la ley de Bragg modificada:

$$\sin^2(\theta) = \left(\frac{n \cdot \lambda}{2t} \right)^2 + 2\delta$$

Siendo $1 - \delta$ la parte real del índice de refracción.

Esta técnica ha sido de utilidad para la calibración del ritmo de crecimiento de las películas.

3 ***Dinámica de vórtices en superconductores laminares***

3.1 Introducción

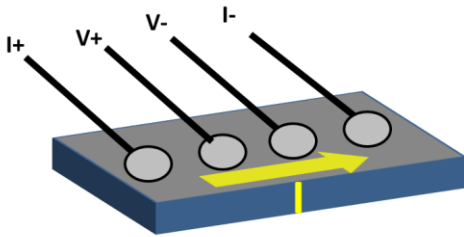
El NbSe₂ pertenece a la familia de los dicalcogenuros de metales de transición. Se trata de materiales de estructura laminar en capas ligadas entre sí por fuerzas de Van der Waals, de manera similar al grafito. Cada una de las capas consiste a su vez en tres capas atómicas C-M-C, ligadas por enlaces covalentes (donde C es un calcógeno (S, Se, Te) y M un metal de transición) [1]. Mucho de estos dicalcogenuros, como el NbSe₂, el NbS₂ o el TaS₂ son superconductores a bajas temperaturas [2]-[4]. A este grupo de calcogenuros superconductores se han unido recientemente la familia de los monocalcogenuros de hierro, como el FeSe o el FeTe [5].

De manera similar a los cupratos superconductores, la superconductividad tiene su origen en los planos, en este caso, de la capa metálica intermedia. Esto crea una anisotropía intrínseca que se verá reflejada en las longitudes características, afectando a las propiedades superconductoras.

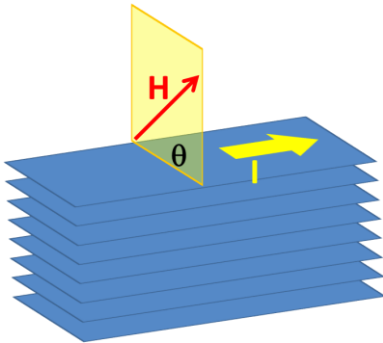
Uno de los principales atractivos de estos materiales es la posibilidad de sintetizarlos en forma de monocristales de alta calidad y tamaños macroscópicos. La perfección de estas estructuras implica una muy baja densidad de centros de anclaje (*pinning*), lo que ha hecho de los dicalcogenuros (especialmente del NbSe₂) un sistema ideal para el estudio de la dinámica de vórtices en situaciones de muy bajo *pinning*. Esto ha permitido el estudio de comportamientos novedosos en el estado mixto, tales como transiciones orden-desorden o efectos de metaestabilidad [6]-[8].

En este capítulo se ha estudiado la dinámica de vórtices en monocristales de NbSe₂ usando dos configuraciones de contactos, que permiten aplicar la corriente paralela o perpendicular a las capas (Figura 3.1). Se ha utilizado un portasubstratos giratorio que, dependiendo de la configuración de contactos y la colocación de la muestra permitirá: (a) variar el ángulo θ formado entre el campo magnético y la estructura laminar del NbSe₂, (b) el ángulo φ formado por el campo magnético y la corriente, o (c) variar ambos ángulos simultáneamente.

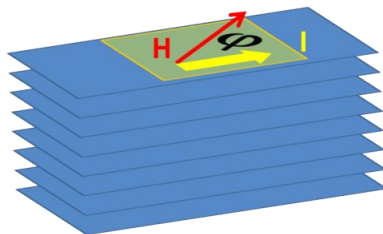
Corriente en el plano



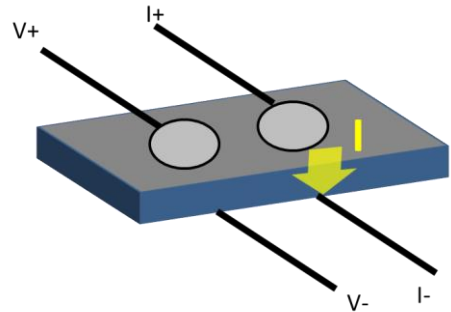
(a) θ variable; $\varphi = 90^\circ$



(b) $\theta = 0^\circ$; φ = variable



Corriente fuera del plano



(c) θ variable; $\varphi = 90^\circ - \theta$

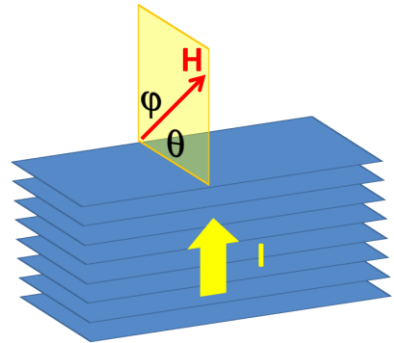


Figura 3.1. Representación esquemática de las 3 configuraciones de medida usadas (Los planos azules representan la estructura laminar). (a) Con la corriente en el plano, el campo magnético se gira en el plano perpendicular a I , por lo que la fuerza de Lorentz será constante. (b) Con la corriente y el campo en el plano, se varía el ángulo φ entre ellos. (c) Con la corriente fuera del plano se varía el ángulo entre el campo y los planos de la estructura. El ángulo entre H e I no es constante, por lo que la fuerza de Lorentz no es constante.

Las tres configuraciones de medida presentadas en la figura 3.1 permiten aplicar la fuerza de Lorentz en varias direcciones diferentes para las distintas orientaciones del campo magnético respecto a la estructura del cristal, haciendo posible un estudio más detallado de la dinámica de vórtices en este tipo de superconductores laminares. En este capítulo se ha hecho uso de esas distintas configuraciones de medida para estudiar:

1. La dependencia de la corriente crítica con θ : Utilizando las configuraciones de medida esquematizadas en las figuras 3.1a y 3.1c, y mediante medidas V-I, se analizará la dependencia de I_c con el ángulo θ formado entre los vórtices y los planos de NbSe₂. Se estudiará su relación con la anisotropía del campo crítico y el posible *pinning* intrínseco debido a la estructura laminar [9].
2. El estado dinámico en configuraciones libres de fuerza: cuando la corriente y el campo magnético se alinean la fuerza de Lorentz es nula, por lo que no debería haber disipación en el superconductor. Sin embargo, es sabido que esto no ocurre, debido a la proliferación de perturbaciones helicoidales en los vórtices [10]. Los monocristales de NbSe₂ presentan muy bajo *pinning*, haciendo de ellos un sistema ideal para el estudio del estado disipativo en este tipo de configuraciones libres de fuerza. Utilizando la configuración de medida descrita en la figura 3.1b y mediante análisis de curvas I-V se investigará la dependencia de la disipación con el ángulo φ formado entre el campo y la corriente.

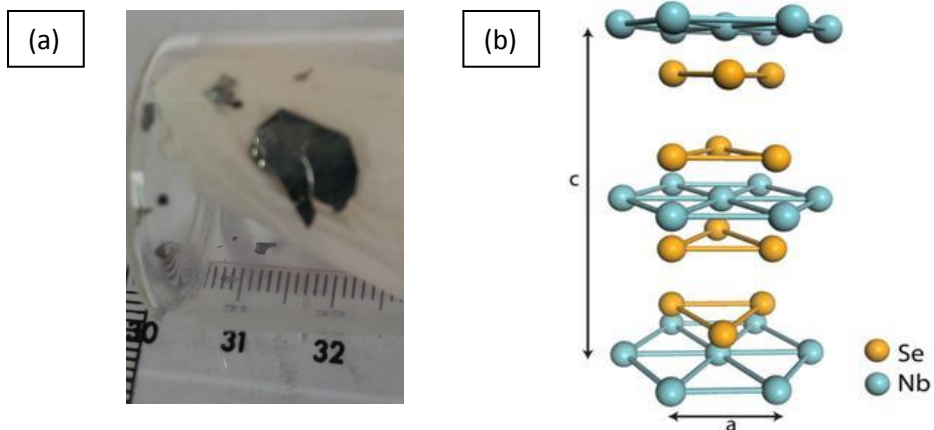


Figura 3.2. (a) Fotografía de un monocristal. (b) Estructura cristalina del 2H-NbSe₂

Los monocristales (Figura 3.2a) han sido crecidos en el Instituto de Ciencia Molecular (ICMol) de Valencia, mediante el método estándar de transporte por vapor de yodo [11]. Mediante este método obtuvieron monocristales de NbSe₂ del politipo 2H, (por lo que la celda unidad estará compuesta por dos capas de NbSe₂, como en la figura 3.2b), con $T_c=7.15$ K. La calidad de los monocristales queda patente por su alto ratio de resistividad $RRR = \rho(300\text{ K})/\rho(10\text{ K}) \approx 28$ (Figura 3.3).

Cabe destacar que el interés por los dicalcogenuros de metales de transición se ha reavivado en los últimos años en dos frentes distintos. Por un lado su estructura laminar en capas es similar a la del grafito, lo que ha permitido la obtención de copos de pocas capas de espesor mediante exfoliación mecánica, alterando drásticamente las propiedades eléctricas y superconductoras [12]. Por otro, se han observado en los últimos años claras evidencias que indican la presencia de superconductividad multibanda en estos materiales, es decir, la existencia de más de un gap superconductor, situados en varias hojas de la superficie de Fermi [13].

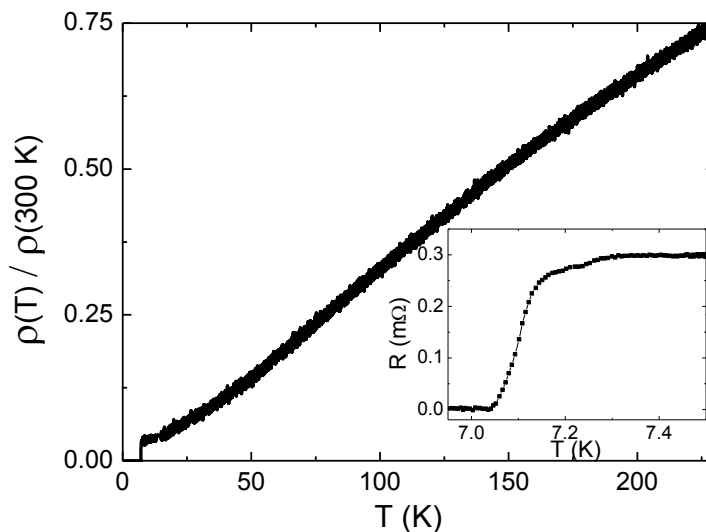


Figura 3.3. $\rho(T)/\rho(300\text{K})$ vs T . Medido con una corriente de 5 mA paralela a los planos. En el inset, rango de temperaturas ampliado en torno a la transición superconductora.

3.2 Superconductores anisótropos

La anisotropía estructural de este tipo de superconductores se traduce en una gran curvatura de las bandas en la dirección del eje c , dando lugar a una mayor masa efectiva de los electrones en la dirección perpendicular a las capas. Ginzburg hizo uso de esto para generalizar la teoría de Ginzburg-Landau a un material anisótropo [14], cuyos portadores de carga tienen masa efectiva m^* en las direcciones paralelas

a los planos (plano ab), y M^* en la dirección perpendicular (eje c), con lo que la energía libre viene dada por:

$$F = F_N + \alpha |\psi(r)|^2 + \frac{\beta}{2} |\psi(r)|^4 + \sum_{i=a}^c \frac{1}{2m_i^*} |(-i\hbar \vec{\nabla} - 2e^* \vec{A})\psi(r)|^2 + \frac{|\vec{B}(r)|^2}{2\mu_0}$$

$$m_a^* = m_b^* = m^*; \quad m_c^* = M^*$$

De las ecuaciones de Ginzburg-Landau puede derivarse que la longitud coherente ξ depende de la dirección: es mayor en las direcciones paralelas a los planos. Este resultado es de esperar pues es en ellos donde se origina la superconductividad.

De la misma manera, puesto que es más sencillo crear supercorrientes contenidas en las capas, el superconductor podrá apantallar mejor un campo magnético dirigido en la dirección perpendicular, por lo que $\lambda_{ab} < \lambda_c$. Esto implica que la longitud de penetración del campo en la dirección paralela a los planos (que viene dada por λ_c) será mayor que en la perpendicular (λ_{ab}). Las razones entre las masas efectivas, longitudes coherentes y longitudes de penetración están ligados por una única relación:

$$\sqrt{M^*/m^*} = \xi_{ab}/\xi_c = \lambda_c/\lambda_{ab} = \gamma$$

Donde γ es la constante de anisotropía del superconductor, y uno de sus parámetros más importantes, pudiendo variar desde 2-6 en los dicalcogenuros, a 10 en el YBCO o 100 en el BSCCO [15]. Una de las consecuencias de esta diferencia en las longitudes características es que el vórtice adopta una sección de forma elíptica cuando el campo magnético es aplicado en paralelo a las capas (Figura 3.4).

Debido a esta anisotropía, puede haber una gran diferencia entre los campos críticos aplicados paralelo y perpendicular a los planos, y vendrán dados por:

$$H_{c2, \perp}(T) = \frac{\phi_0}{2\pi\xi_{ab}(T)^2} \quad H_{c2, \parallel}(T) = \frac{\phi_0}{2\pi\xi_{ab}(T)\xi_c(T)}$$

De tal manera que el campo crítico paralelo siempre será mayor, estando relacionados entre sí por la constante de anisotropía:

$$\gamma = \frac{\xi_{ab}}{\xi_c} = \frac{H_{c2, \parallel}(T)}{H_{c2, \perp}(T)}$$

Puesto que:

$$\xi_{ab} \sim \xi_c \sim \frac{1}{\sqrt{1 - T/T_c}}$$

la dependencia de ambos campos críticos es lineal con la temperatura, y es posible determinar $\xi_{ab}(T)$ y $\xi_c(T)$ a partir de $H_{c2, \perp}(T)$ y $H_{c2, \parallel}(T)$, mediante un ajuste lineal.

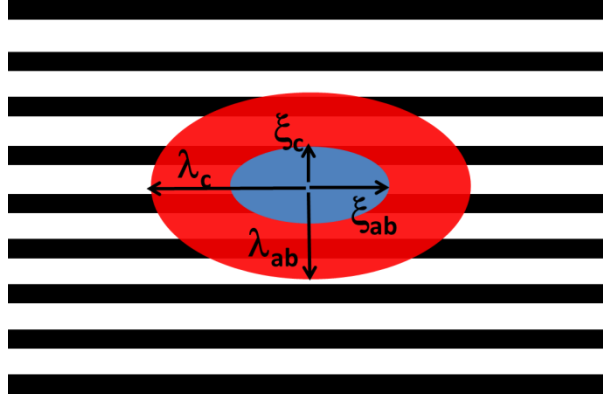


Figura 3.4. Representación esquemática de un vórtice (apuntando perpendicular al papel). Las barras negras representan las capas del superconductor, la zona azul el núcleo del vórtice y la roja la penetración del campo magnético.

Cuando γ es suficientemente grande, ξ_c puede volverse menor que la separación entre capas (s), y el superconductor pasa a un régimen 2D. En esta situación la teoría anisotrópica de Ginzburg-Landau deja de tener validez.

Lawrence y Doniach desarrollaron el primer modelo teórico para describir este tipo de sistemas [16], siendo ampliado posteriormente por Bulaevskii [17]. Su modelo considera el material como un conjunto de capas superconductoras, en cada una de las cuales el parámetro de orden $\psi_i(x, y)$ se comporta de acuerdo a la teoría de Ginzburg-Landau 2D. Las capas se encuentran acopladas entre sí debido al túnel Josephson, introduciendo en la energía libre un término:

$$\frac{\hbar^2}{2m_c s^2} |\psi_n - \psi_{n-1}|^2$$

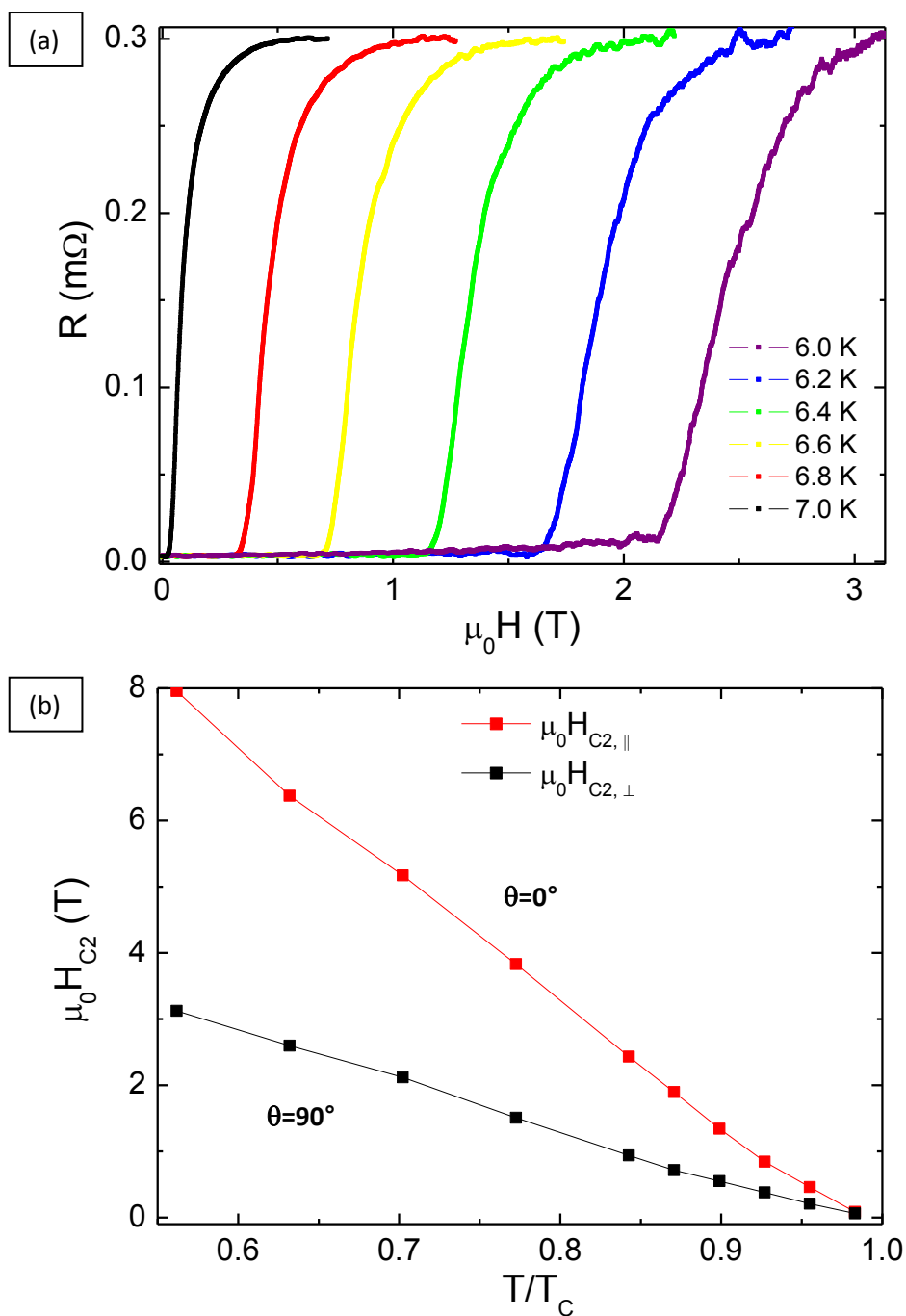


Figura 3.5. (a) R vs H , medido con el campo paralelo a los planos y corriente aplicada de 5 mA (b) $H_{C2}(T)$ vs T/T_c con el campo paralelo (rojo) y perpendicular (negro) a las capas de $NbSe_2$.

La existencia de este régimen 2D descrito por el modelo de Lawrence-Doniach fue inicialmente observada en dicalcogenuros intercalados con compuestos orgánicos [3], y después en multicapas superconductoras [18]. Con el descubrimiento de la superconductividad de alta temperatura surgieron multitud de superconductores que presentaban este comportamiento bidimensional. Como se verá, en los monocristales estudiados no se observa comportamiento 2D en ningún momento, y el sistema estará bien descrito por la teoría anisótropa de Ginzburg-Landau.

La figura 3.5a muestra la resistencia R vs $H_{||}$ a diversas temperaturas. A partir de esas curvas se ha podido determinar $H_{c2, ||}(T)$. De la misma manera se ha obtenido $H_{c2, \perp}(T)$, y ambas se muestran en la figura 3.5b. De esas curvas es posible determinar $\xi_{ab}(T)$ y $\xi_c(T)$ a partir de $H_{c2, \perp}(T)$ y $H_{c2, ||}(T)$ (tomando H_c a mitad de la transición), mediante un ajuste lineal.

A partir de los ajustes se ha obtenido $\xi_{ab}(0) = 6.8 \text{ nm}$ y $\xi_c(0) = 2.5 \text{ nm}$, obteniéndose un valor de la constante de anisotropía γ de 2.72, en la línea de lo observado en otros trabajos [19]. Puesto que la celda unidad a lo largo del eje c es 1.25 nm [1], la longitud coherente ξ_c siempre será mucho mayor que el espaciado entre planos (0.6 nm) y el superconductor siempre se podrá considerar 3D.

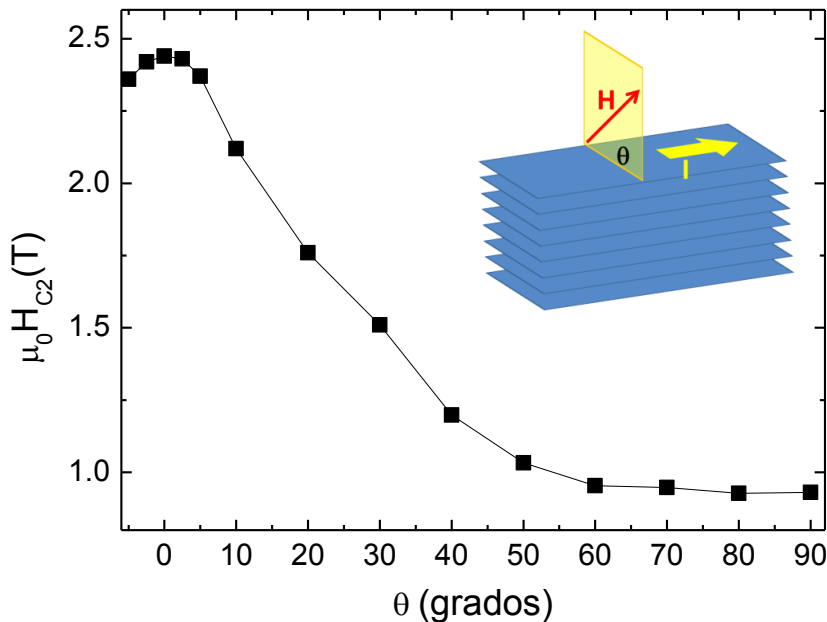


Figura 3.6. H_{c2} vs θ para $T=6 \text{ K}$ y medido con $I=5 \text{ mA}$ perpendicular al campo.

Al variar el ángulo θ formado por el plano y el campo aplicado, el campo crítico $H_{C2}(\theta)$ variará de forma continua entre $H_{C2, ||}(T) = H_{C2}(\theta = 0)$ y $H_{C2, \perp}(T) = H_{C2}(\theta = 90^\circ)$ según:

$$H_{C2}(\theta) = \frac{\gamma H_{C2, \perp}(T)}{\sqrt{\cos^2 \theta + \gamma^2 \sin^2 \theta}}$$

La figura 3.6 muestra $H_{C2}(\theta)$ para la muestra de NbSe₂ a T=6K.

3.3 Dependencia de I_c con θ

La estructura laminar de los superconductores anisótropos puede ser el origen de un pinning intrínseco: el parámetro de orden estará más deprimido entre los planos. Al aplicar un campo magnético paralelo a los planos, los vórtices preferirán ocupar posiciones entre ellos, apareciendo un potencial periódico de anclaje [9],[20]. Este *pinning* intrínseco es bien conocido en los superconductores de alta temperatura, y causante de efectos como la aparición de una fase esméctica [21] (que se analizará con más en detalle en el capítulo 5) o un bloqueo (*lock in*) en la posición de los vórtices, que se quedan retenidos con orientación paralela aun cuando se varía la dirección del campo externo [9] (Figura 3.7a).

Este efecto puede observarse tanto en régimen 3D como 2D ($\xi_c(T) > s/\sqrt{2}$ o $\xi_c(T) < s/\sqrt{2}$, s separación entre planos). Kwok *et al* [9] observan este efecto de bloqueo para ξ_c hasta 3 veces mayor que s , por lo que en principio los efectos de *pinning* intrínseco podrían observarse en el NbSe₂. Con el fin de estudiar esto se han realizado medidas de corriente crítica en función del ángulo θ entre los planos de NbSe₂ y el campo aplicado. En una primera configuración de medida, la corriente será aplicada siempre en la dirección de los planos y perpendicular al campo, como se muestra en la figura 3.7a. En esa configuración, cuando el campo magnético es paralelo a las capas, los vórtices serán empujados perpendicularmente a ellas por la fuerza de Lorentz.

Si hubiese *pinning* periódico intrínseco, debería manifestarse como un pico agudo para la corriente crítica en torno a $\theta=0$ [9] (Figura 3.7b), mientras que el comportamiento sería suavizado en torno al origen si no lo hubiese (Figura 3.7c). En todas las configuraciones expuestas en este capítulo, el ángulo $\theta=0$ se ha ajustado buscando el mínimo de resistencia en la muestra con campo aplicado, lo que permite encontrar la posición paralela con una precisión de ± 1 grados.

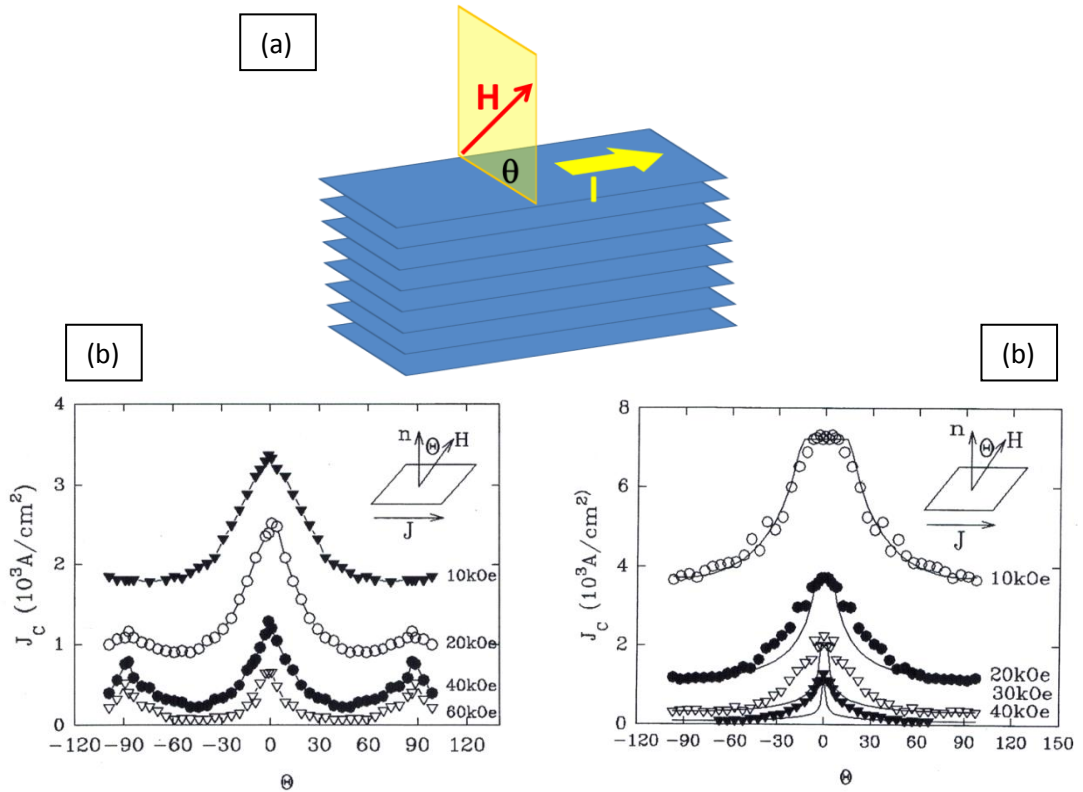


Figura 3.7. (a) Configuración de medida usada: corriente y campo son siempre perpendiculares. (b) Corriente crítica en función de θ en una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a, para $T=64 \text{ K}$ [22]. (c) Corriente crítica en función de θ para una superred eje-a (154 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/19 \text{ \AA}$ $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) [22]. Nótese que en ambos casos, $\theta=0$ se toma perpendicular al sustrato, pues las muestras están crecidas con los planos de CuO perpendiculares al mismo.

La figura 3.8 muestra curvas V - I para la muestra en un campo de 4 T y a $T=3.0 \text{ K}$. Se observa que no hay caída de potencial hasta que la corriente alcanza un valor crítico, I_c . Por encima de ese valor, la dependencia de V con I se vuelve lineal ($V \sim I$), indicando que el sistema entra en régimen *free flux flow*. Tomando el criterio de $V_c=0.1 \text{ } \mu\text{V}$ ($E=5 \cdot 10^{-5} \text{ V/m}$), se han obtenido curvas I_c vs θ a distintas temperaturas, como las mostradas en la figura 3.9.

El comportamiento de I_c en torno a $\theta=0$ es suave en todos los casos, sin observarse ningún pico o comportamiento fuera de la tendencia para la orientación paralela, que indique un anclaje apreciable debido a la estructura periódica.

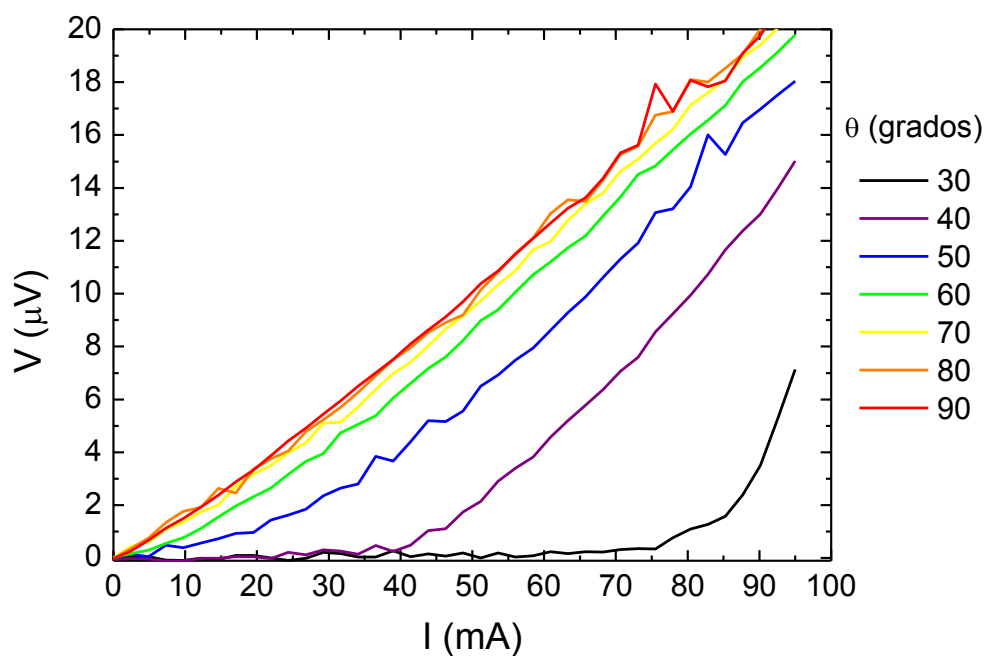


Figura 3.8. Curvas V-I para un campo de 4T a $T=3.0\text{ K}$ en función del ángulo θ .

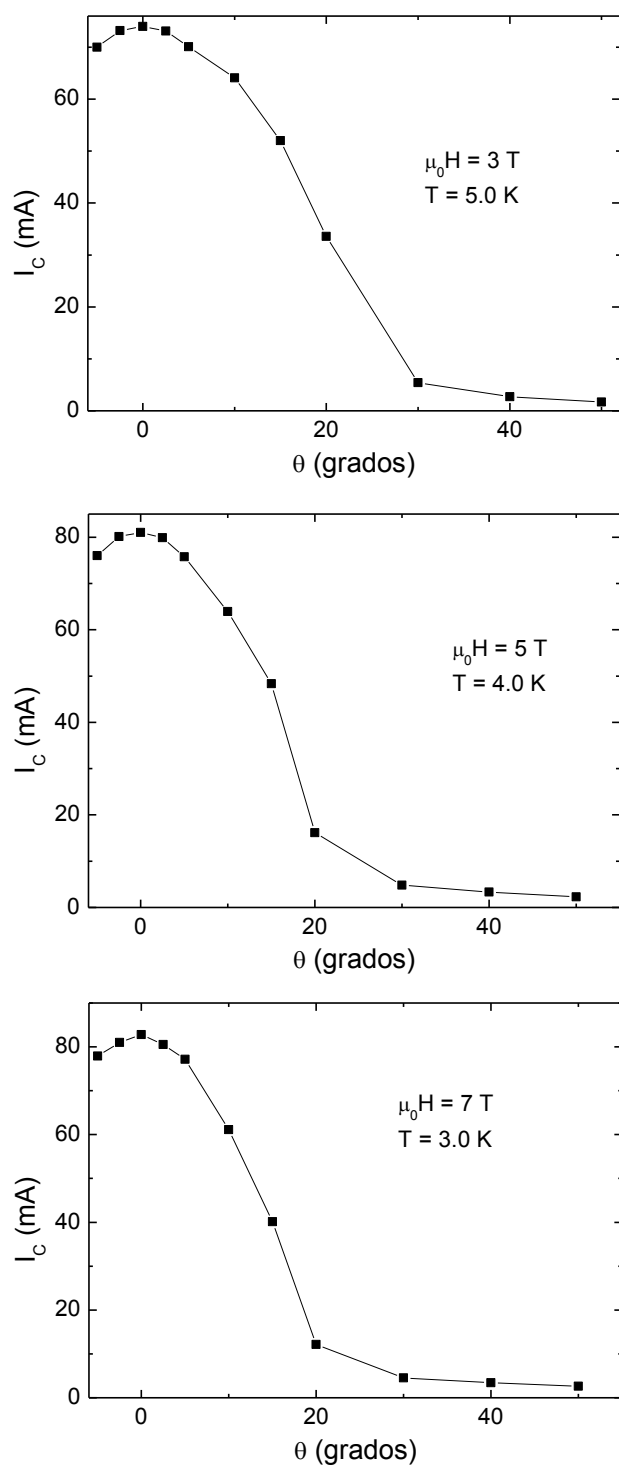


Figura 3.9. I_c en función del ángulo θ para varios campos y temperaturas.

Aunque $I_c(\theta)$ tiene un máximo para $\theta=0$, éste tiende a suavizarse al acercarse al origen, un comportamiento opuesto al esperado para una estructura de *pinning* periódico. La presencia de ese máximo puede explicarse totalmente por la propia anisotropía del superconductor: El campo crítico es mayor en la dirección paralela, por lo que es de esperar que la corriente crítica sea mayor en esa orientación de campo.

Si el *pinning* de la muestra no está correlacionado (si por ejemplo está generado por imperfecciones puntuales distribuidas aleatoriamente), puede considerarse que la corriente crítica de la muestra viene únicamente determinada por la temperatura y la razón $h = H/H_{c2}$, que indica cómo de intenso es el campo aplicado respecto al campo crítico. Esa razón dependerá del ángulo [15]:

$$h(\theta) = H/H_{c2}(\theta) = \frac{H}{H_{c2\parallel}(T)} \sqrt{\cos^2\theta + \gamma^2 \sin^2\theta} \propto H \cdot \sqrt{\cos^2\theta + \gamma^2 \sin^2\theta} = \varepsilon(\theta) \cdot H$$

y la corriente tomará una forma $I_c = I_c(h(\theta))$. Es posible combinar las medidas de $I_c(\theta)$ para varios campos distintos, escalando el eje X como $\varepsilon(\theta) \cdot H$. Es lo que muestran las figuras 3.10 y 3.11 para $T=3.0$ K y $T=5.0$ K respectivamente. Se observa como en ambos casos los datos son escalados a la misma curva indicando que, en efecto, la dependencia de I_c con el ángulo es a través de $h(\theta)$. I_c únicamente depende de θ a través de la anisotropía del campo magnético. No hay ninguna desviación al comportamiento en torno al origen que ponga de manifiesto la influencia del *pinning* intrínseco.

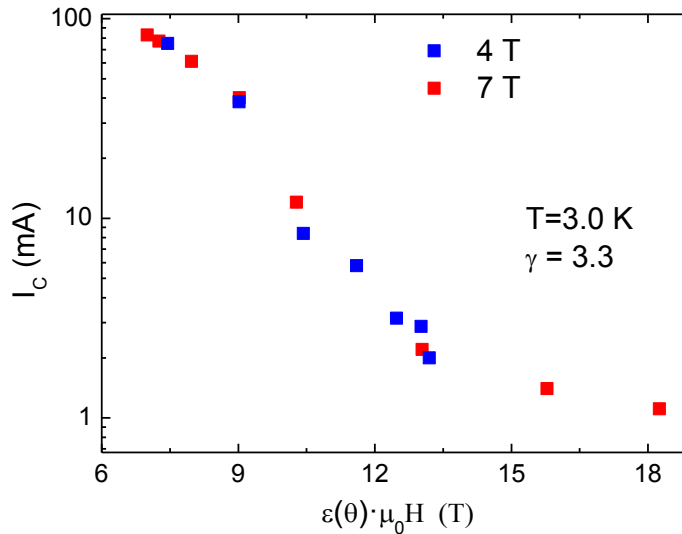


Figura 3.10. I_c en función de $\varepsilon(\theta) \cdot H$ para varios campos y ángulos, con $T=3.0$ K

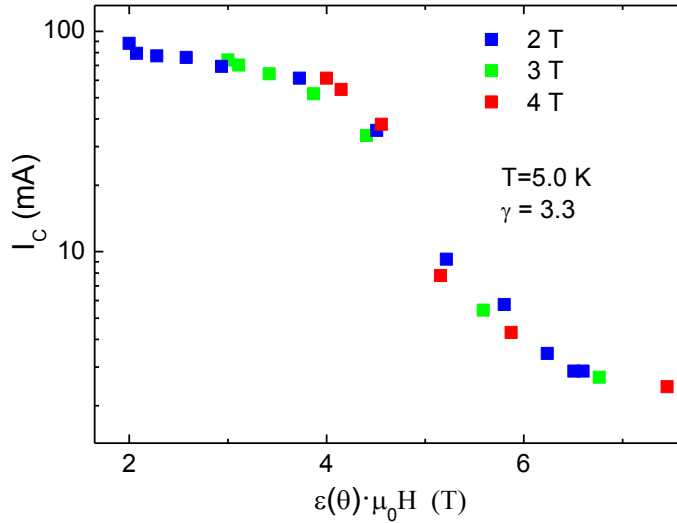


Figura 3.11. I_c en función de $\varepsilon(\theta) \cdot H$ para varios campos y ángulos, con $T=5.0$ K

En ambos casos, el parámetro a ajustar para conseguir el colapso de los datos es γ , la constante de anisotropía, obteniéndose un valor de 3.3, desviado un 20% del valor de 2.7 que se obtiene del ajuste lineal de los campos críticos. El hecho de que este escalamiento sea posible teniendo en cuenta únicamente la anisotropía del campo revela que no hay en el sistema un mecanismo de anclaje que cree una dirección privilegiada, y el pinning intrínseco no es relevante en el NbSe₂, al menos en el rango de temperaturas analizado. Sin embargo, para la temperatura más baja medida $T=3.0$ K, $\xi_c(T) \approx 1.3 \cdot \xi_c(0) \gg s$, por lo que no es de esperar un cambio de comportamiento al bajar más la temperatura, ya que no se produce un gran cambio en la longitud coherente. La constante de anisotropía es demasiado baja y ξ_c demasiado alta como para crear una depresión del parámetro de orden entre capas lo suficientemente notable como para observar estos efectos característicos de los superconductores de alta temperatura.

Puesto que la corriente crítica depende de la orientación del campo únicamente a través de la anisotropía del campo crítico, cuando el campo es paralelo a las capas no debería haber diferencia entre empujar los vórtices perpendicular o paralelo a ellas (Figura 3.12). Sin embargo, en presencia de *pinning* intrínseco, hay una gran diferencia entre ambas situaciones, siendo más difícil el movimiento perpendicular, como se ha observado recientemente [23]. Con la configuración de medida usada, cuando el campo es paralelo a las capas, los vórtices se mueven perpendicularmente a ellas. Con el fin de comprobar el escalado anterior cuando son empujados paralelamente, se ha usado una configuración de medida diferente

(Figura 3.12), que permite introducir corriente en la dirección perpendicular a las capas.

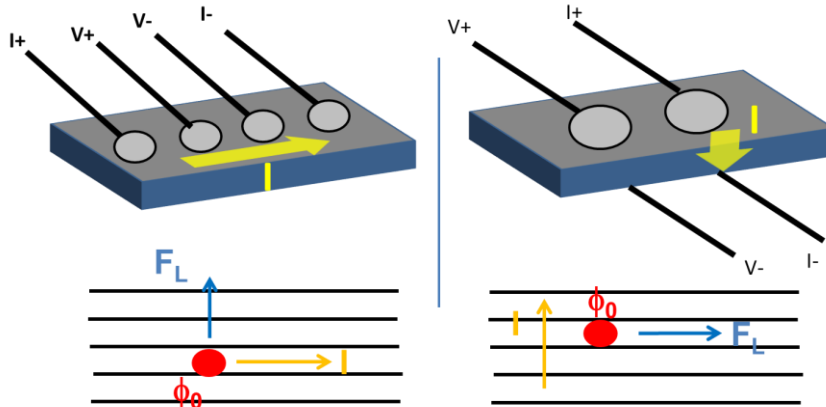


Figura 3.12. Configuraciones usadas para medir I_c con la corriente paralela y perpendicular a los planos. Cuando los vórtices están paralelos a los planos (vórtice saliendo de la hoja, en rojo), son empujados en las direcciones perpendicular o paralela según la configuración de contactos (fuerza de Lorentz en azul).

En esta segunda configuración de los contactos, el campo no será siempre perpendicular a la corriente, por lo que la fuerza de Lorentz ($\vec{F}_L \propto \vec{I} \times \hat{\phi}_0$) sobre cada vórtice será variable y dependerá de θ (Figura 3.13). La fuerza será proporcional a la componente de corriente perpendicular al campo $I \cdot \cos(\theta)$, lo que tendrá que ser tenido en cuenta para realizar el escalado de los datos. Mientras que el eje X escalará de manera similar al caso anterior, en esta ocasión también debe ser escalado el eje Y, como $I_c \cdot \cos(\theta)$.

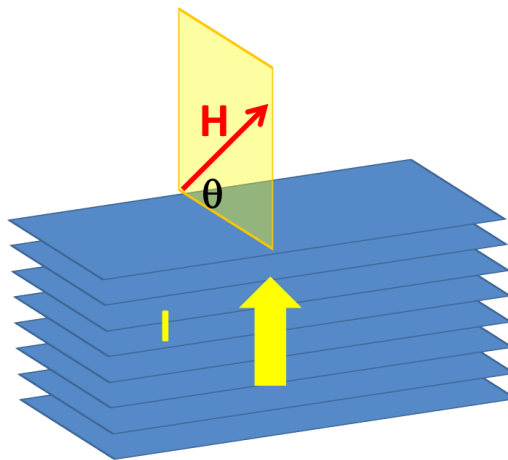


Figura 3.13. Dirección en la que rotará el campo magnético en el portasubstratos.

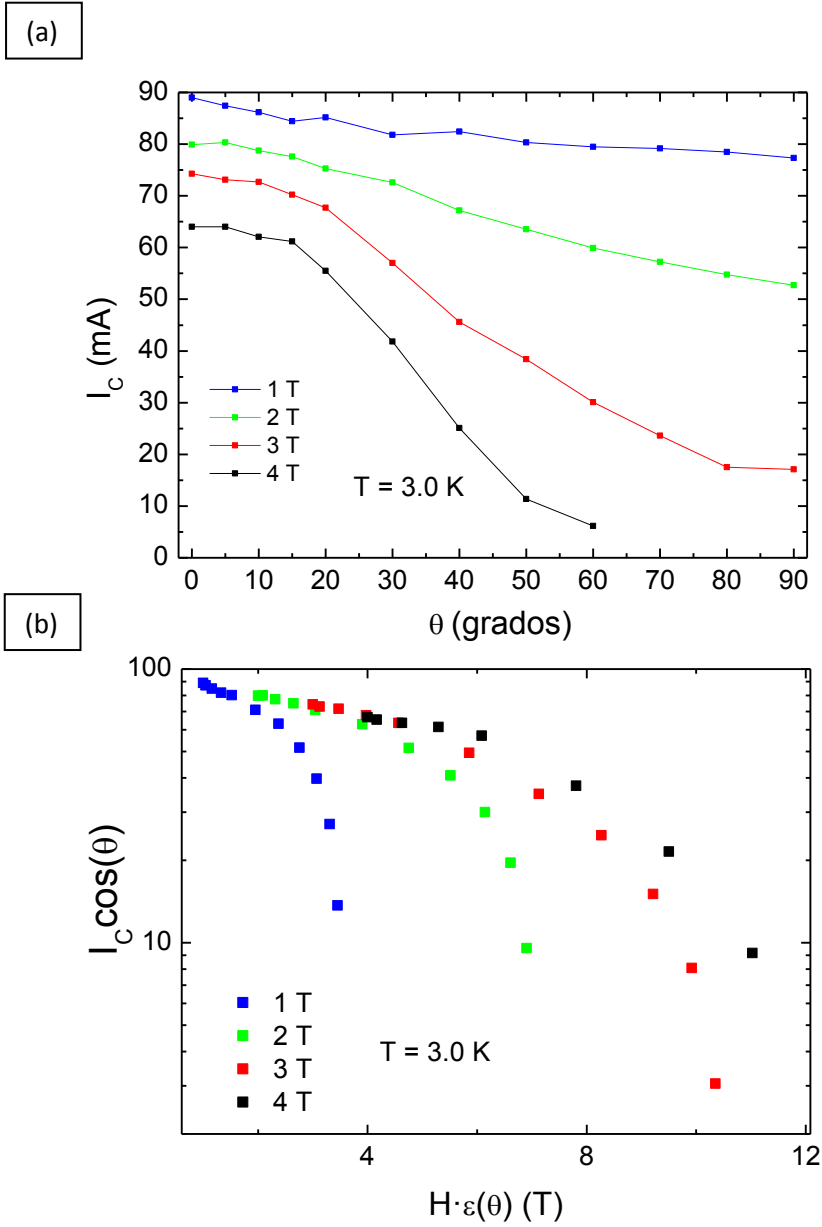


Figura 3.14. (a) I_C en función de θ para varios campos magnéticos y la corriente perpendicular a los planos, a $T=3.0K$. (b) Escalado de $I_C \cos(\theta)$ frente a $\epsilon(\theta) \cdot H$ a distintos campos para $T=3.0K$.

La figura 3.14a muestra I_C vs θ para campos de 1 a 4 T, a 3.0 K, y el escalado está representado en la figura 3.14b. Se observa como para ángulos bajos los datos colapsan a una única curva, mostrando de nuevo que la dependencia de I_C con la orientación del campo se debe únicamente a la anisotropía, sin haber indicios de *pinning* intrínseco correlacionado. Se ve sin embargo, como para ángulos mayores los datos se desvían enormemente de la tendencia del colapso. La razón queda clara si se observa como en la figura 3.14a se obtienen valores finitos de I_C para $\theta=90^\circ$, cuando no hay componente de la corriente perpendicular al campo y la corriente crítica debería divergir (más exactamente debería tender al valor de $I_{\text{Depairing}}$).

El motivo por el que se da esta discordancia es que el modelo planteado para el escalado no considera el efecto de la componente de corriente paralelo al campo, pues no genera una fuerza de Lorentz. Como se estudia en la siguiente sección, este planteamiento es incorrecto, pues existe una corriente crítica $I_{C,\text{Paralelo}}$ para la cual una corriente paralela a los vórtices puede causar disipación. La componente de corriente paralela es muy pequeña para ángulos bajos, y no rebasa $I_{C,\text{Paralelo}}$, por lo que el ajuste de los datos es bueno en ese rango de ángulos. Ese rango es suficiente para permitir confirmar lo ya observado en la primera configuración de contactos: no hay efectos visibles de *pinning* originado por la estructura de capas de NbSe₂.

3.4 Estado dinámico para H e I paralelos

Una corriente paralela a los vórtices no ejercerá ninguna fuerza de Lorentz, por tanto los vórtices no se moverán y no habrá disipación. Es lo que se denomina una configuración libre de fuerza. Sin embargo, ya en los 60 se observó que a partir de una determinada corriente crítica aparecía disipación en hilos superconductores de aleaciones de Nb sometidos a un campo magnético longitudinal [24]. A partir de los trabajos previos de Campbell y Evetts [25], J.R. Clem desarrolló la primera interpretación teórica del fenómeno [10], mostrando cómo una corriente paralela a un vórtice puede facilitar perturbaciones helicoidales en el mismo. E.H. Brandt [26] extendería esos resultados considerando el efecto para una red de vórtices.

La figura 3.15a muestra un vórtice aislado, apuntando en la dirección \hat{u}_z , que ha sufrido una pequeña perturbación en la posición $z \cdot \hat{u}_z$, descrita por $\hat{s}(z)$. Esta perturbación es perpendicular a \hat{u}_z , y por tanto, a la corriente, con lo que sobre ella actuará una fuerza de Lorentz que tenderá a hacerla crecer en amplitud:

$$\vec{F}_L = (\phi_0 \cdot J) \cdot \hat{u}_z \times \frac{\partial \vec{s}(z)}{\partial z}$$

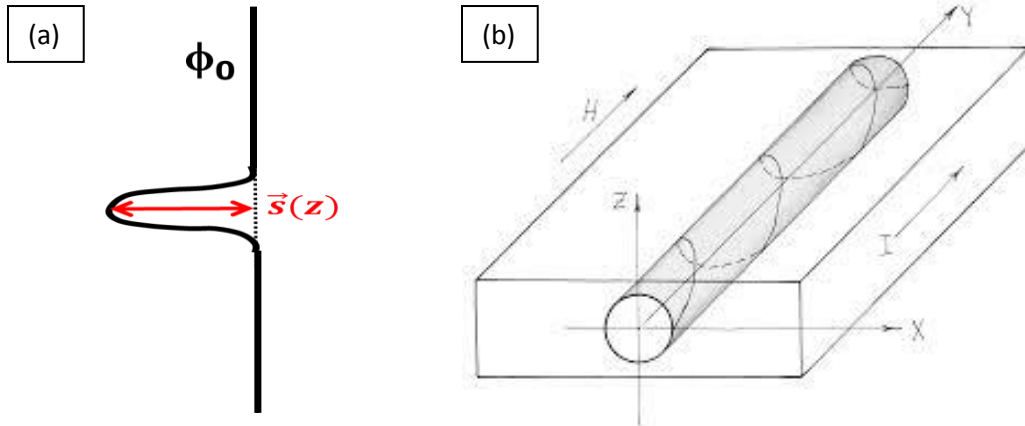


Figura 3.15. (a) Representación de una perturbación en un vórtice descrita por $\hat{s}(z)$ (b) Perturbación helicoidal generada por una corriente paralela al campo magnético [10].

A esta fuerza se le opondrá la tensión elástica del vórtice. Para una determinada corriente crítica paralela, $I_{c \parallel}$, la fuerza de Lorentz se superpondrá a la tensión elástica y se formarán de manera espontánea perturbaciones en forma helicoidal, descritas por (Figura 3.15b):

$$s_x = a \cdot \cos(kz + \varphi) \quad s_y = a \cdot \sin(kz + \varphi)$$

Estas perturbaciones estarán sometidas a una fuerza de Lorentz que tenderá a aumentar la amplitud de la hélice, y si $I > I_{c \parallel}$ su amplitud aumentará con el tiempo, dando como resultado una caída de potencial en la dirección de la corriente. Si este proceso continuase indefinidamente, finalmente expulsaría todos los vórtices del interior del superconductor. Contrarrestando este proceso, se generan perturbaciones helicoidales en la superficie, con helicidad opuesta, de manera que la fuerza de Lorentz tenderá a comprimirlas y cerrarlas hacia el centro del material.

Ambos procesos tienen lugar a la misma velocidad en el estado estacionario, y generan un voltaje en la misma dirección. Las hélices que se expanden y las que se comprimen se verán obligadas a cortarse, por lo que, cuando en lugar de un solo vórtice hay una red de ellos, $I_{c \parallel}$ no vendrá determinada únicamente por la tensión elástica de los vórtices, sino también por la resistencia que tienen a cortarse (*flux cutting*).

Con el fin de estudiar las propiedades de transporte de esta situación libre de fuerzas, se ha utilizado la configuración de medida detallada en la figura 3.16. Manteniendo el campo siempre paralelo a los planos para evitar variaciones en el campo crítico, se han medido curvas V-I variando el ángulo φ formado entre la

corriente y el campo magnético, profundizando en el análisis para el caso $\varphi = 0$, cuando H e I son paralelos.

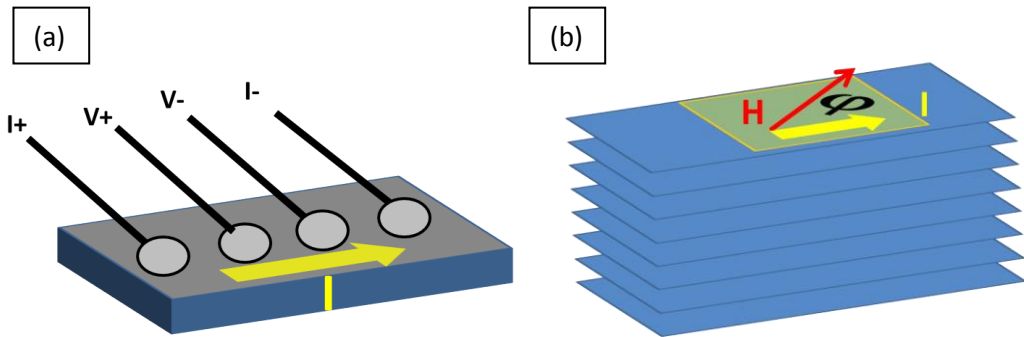


Figura 3.16. (a) Configuración de contactos usada para introducir la corriente paralela a los planos (b) El portasubstratos permitirá variar el ángulo entre campo y corriente, manteniendo ambos paralelos a las capas.

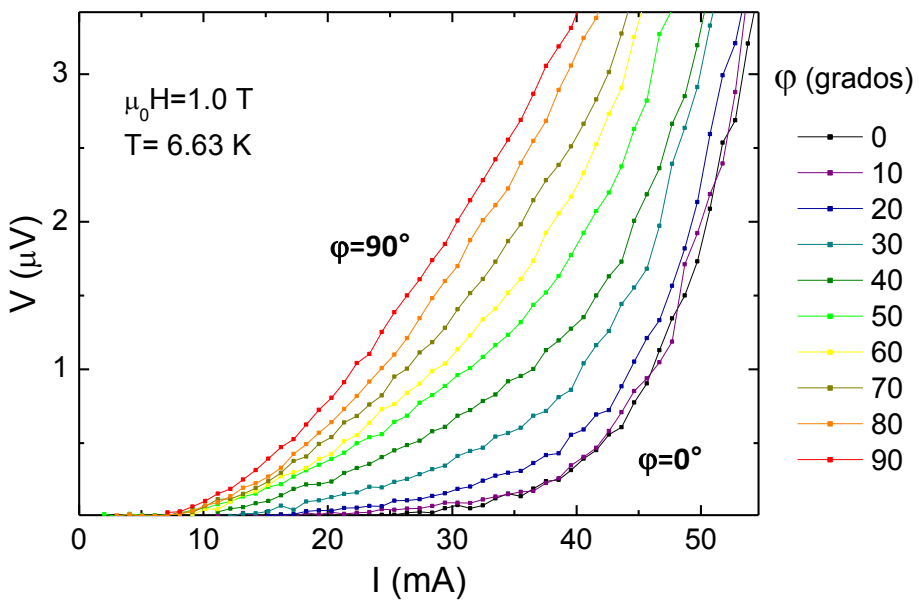


Figura 3.17. V vs I para diversos valores de φ , con $H=1 \text{ T}$ y $T=6.63 \text{ K}$.

Corriente crítica e inicio de la inestabilidad:

La figura 3.17 muestra V vs I para $H = 1$ T y $T = 6.63$ K, variando el ángulo φ entre 0 y 90 grados, es decir, entre las configuraciones de nula y máxima fuerza de Lorentz. Cuando H e I son perpendiculares, la dependencia de V con I es lineal una vez que se supera la corriente crítica (correspondiente al régimen *free flux flow*). A medida que el ángulo entre H e I se hace menor, la fuerza de Lorentz es menor y la componente longitudinal del voltaje disminuye, pero debido a la formación de inestabilidades helicoidales no desaparece completamente cuando corriente y campo se alinean.

Por el mismo motivo, si bien la corriente crítica aumenta al disminuir el ángulo, no diverge para $\varphi=0$, sino que se observa un voltaje a partir de $I_{C,\parallel} = 29$ mA, que se ha de atribuir al inicio de los procesos de corte de vórtices.

El modelo del estado crítico desarrollado por Bean [27] en los años 60 describe satisfactoriamente el comportamiento de I_C cuando H e I son perpendiculares ($\varphi=90$), mientras que los trabajos de Clem [10] y Brandt [26] han permitido entenderlo cuando son paralelos ($\varphi=0$). Sin embargo, la evolución de I_C para ángulos intermedios ($90>\varphi>0$) es mucho más compleja al involucrar desplazamiento neto de la red y procesos de corte de vórtices simultáneamente. No ha sido hasta la última década cuando ha surgido una descripción teórica que se ajuste a los resultados experimentales: el modelo elíptico del estado crítico, desarrollado por Romero-Salazar *et al* [28] y extendido por Clem *et al* [29].

Los fundamentos del modelo están esquematizados en la figura 3.18a. Muestra un plano cuyos ejes X e Y son respectivamente las componentes de la corriente perpendicular (I_{\perp}) y paralela (I_{\parallel}) al campo. La línea sólida elíptica marca $I_C(\varphi)$, de tal manera que si:

$$|I| = \sqrt{I_{\parallel}^2 + I_{\perp}^2} < I_C(\varphi)$$

(condición representada por la zona del esquema en blanco), no habrá disipación. Según el modelo, $I_C(\varphi)$ tiene una forma elíptica dada por:

$$I_C(\varphi) = \frac{I_{C\perp}}{\sqrt{\sin^2(\varphi) + \left(\frac{I_{C\perp}}{I_{C\parallel}} \cos(\varphi)\right)^2}}$$

Fuera de esa zona de no disipación se producirán simultáneamente procesos tanto de desplazamiento como de corte de vórtices, para cualquier valor de φ . El corte de vórtices será posible por tanto para corrientes $I_{||} < I_{C||}$, si I_{\perp} es lo suficientemente grande. Es decir, la componente perpendicular de la corriente facilitará los procesos de corte de vórtices, que se podrán producir por debajo de la corriente crítica paralela ($I_{||} < I_{C||}$). Esta característica es la que diferencia a éste de modelos previos [30] y ha permitido interpretar resultados experimentales previos [31].

La figura 3.18b muestra, distribuidos en el plano $(I_{\perp}, I_{||})$, los valores de corriente crítica obtenidos a diferentes ángulos a partir de las curvas de la figura 3.17, usando un criterio de $V_C = 0.05 \mu\text{V}$ ($E = 5 \cdot 10^{-5} \text{ V/m}$). Sobre la misma se encuentra representada la corriente crítica $I_C(\varphi)$ esperada por la teoría: puede observarse como los datos se ajustan correctamente al modelo.

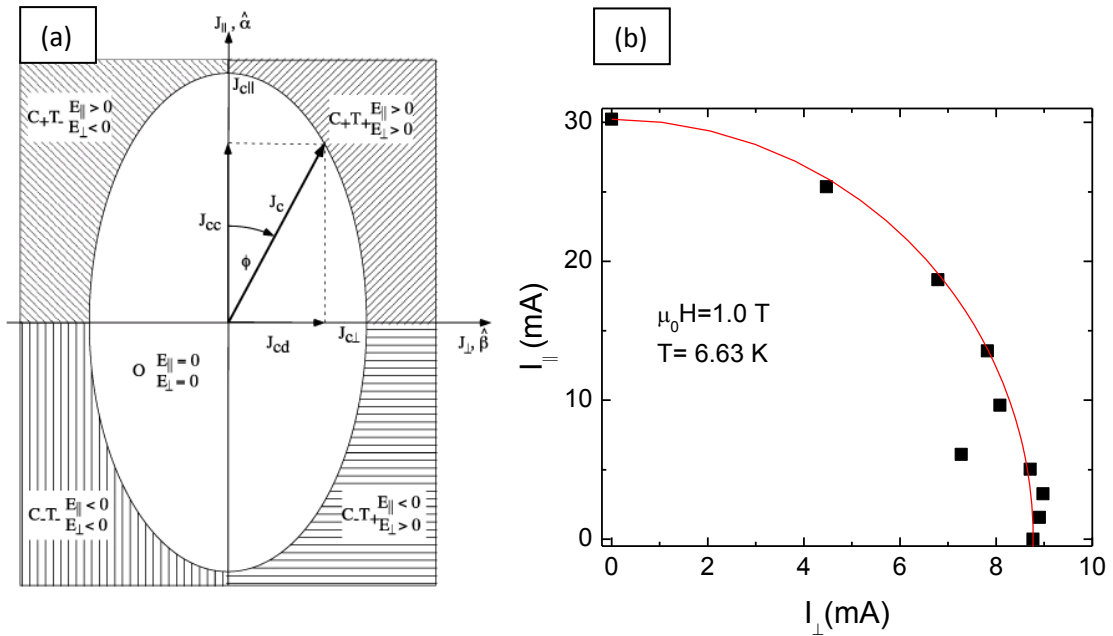


Figura 3.18. (a) Representación esquemática del modelo elíptico del estado crítico. El eje X representa la componente de la corriente perpendicular al campo, y el eje Y la paralela. Cuando la corriente aplicada es menor que $J_C(\varphi)$, en la zona blanca del diagrama, no hay disipación. Al superar la corriente crítica, en las zonas ralladas, comienzan los procesos de desplazamiento y corte de vórtices. (b) I_C para diversos ángulos φ para $\mu_0 H = 1 \text{ T}$, representada sobre el plano xy usando sus componentes perpendicular ($x = I_C \sin(\varphi)$) y paralela ($y = I_C \cos(\varphi)$) al campo. La línea roja corresponde a la predicción de la teoría.

Estado dinámico para $\varphi=0$:

Si bien las bases teóricas sobre la formación de la inestabilidad helicoidal quedaron sentadas con los trabajos de Clem [10] y Brandt [26], no se ha llegado aún a ninguna descripción sobre qué ocurre una vez las hélices comienzan a expandirse, es decir, se desconoce cómo es el estado dinámico de este tipo movimiento, la dependencia de V con I .

Los trabajos de los 90 de Genenko [32], Kohandel *et al* [33] o Shvartser *et al* [34] llegaron a resultados muy cualitativos sobre la dependencia de $V(I)$, coincidiendo en todos los casos con la predicción inicial de Brandt [26] de un rápido aumento de la disipación al aumentar la corriente. En todos estos trabajos se destaca el papel decisivo que la intensidad del *pinning* y el tamaño del hilo juegan en el comportamiento del estado dinámico. En el campo experimental, el interés sobre las configuraciones libres de fuerza se redirigió hacia las películas delgadas [35] y los superconductores de alta temperatura [36]-[40], limitándose en todos los casos a estudios sobre la corriente crítica, sin obtenerse un resultado sobre las características del régimen dinámico: $V(I)$.

Como se observa en la figura 3.17, para H e I perpendiculares ($\varphi=90$), V depende linealmente con I una vez superada la corriente crítica $I_{c\perp}$, un resultado muy conocido correspondiente al régimen *free flux flow* característico de sistemas con bajo *pinning*, como es el caso. Sin embargo, a medida que se disminuye el ángulo entre H e I , las curvas se desvían cada vez más del comportamiento lineal, ajustándose a una dependencia exponencial con I .

Esto es evidente en la figura 3.19a, donde se ha representado la misma gráfica que en la figura 3.17, pero con el eje Y en escala logarítmica. Se puede ver que la curva correspondiente a $\varphi = 0$ es una recta, por lo que V depende de I como:

$$V = V_0 \cdot e^{\alpha I}$$

Este mismo comportamiento se ha observado en un rango amplio de campos hasta 6T (Figura 3.19b).

La anterior expresión será válida únicamente para $I > I_{c||}$, por lo que será más conveniente reescribirla como

$$V = V_C \cdot e^{\alpha(I-I_{c||})}$$

donde la corriente crítica $I_{c||}$ es la obtenida de las curvas $V-I$ usando el criterio $V = V_C$.

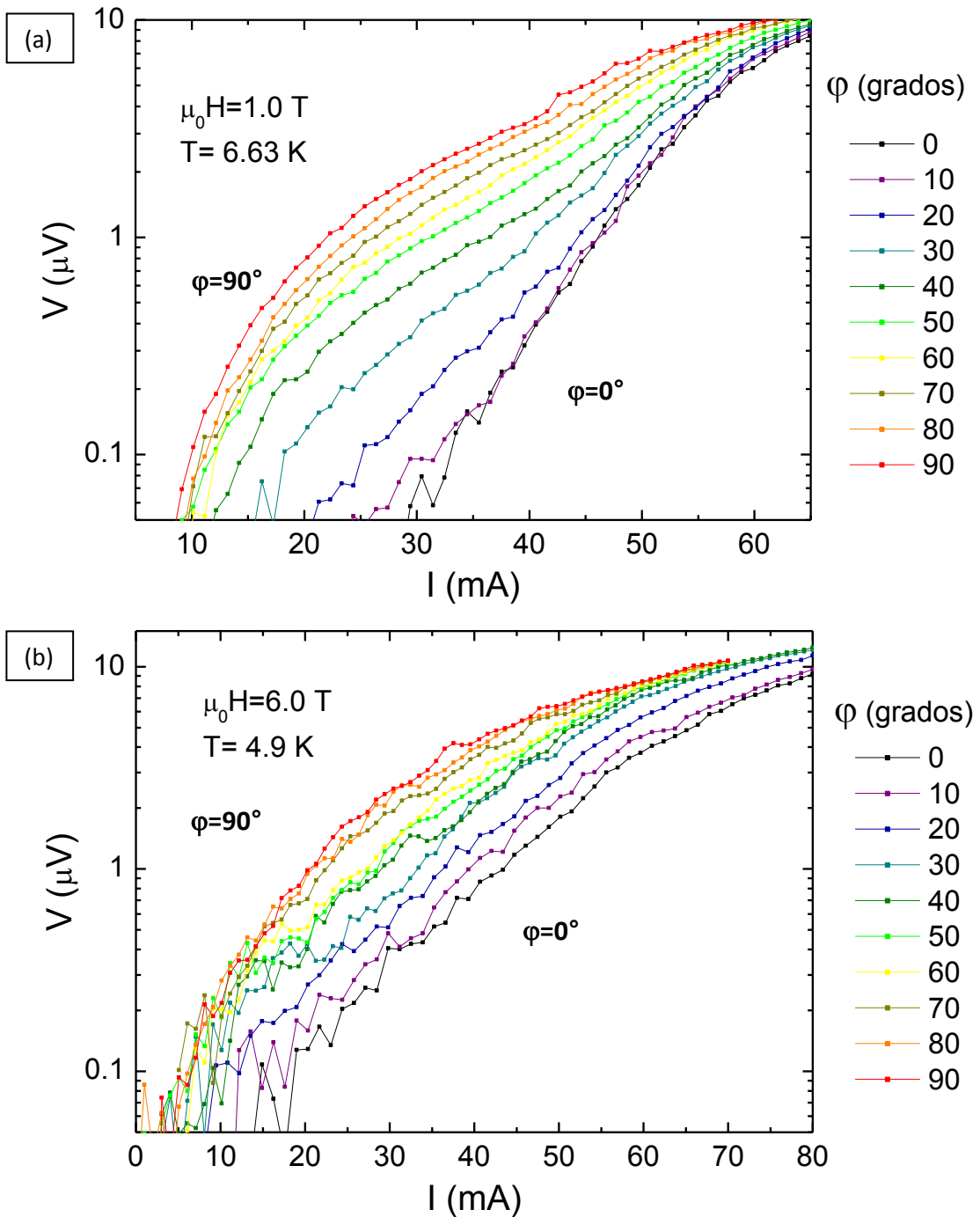
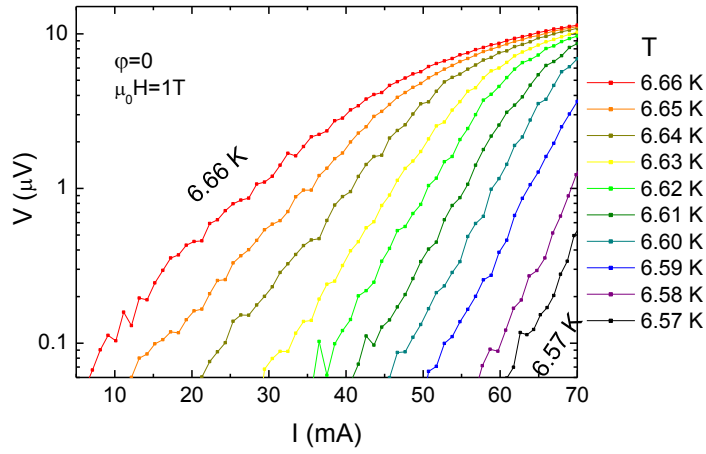
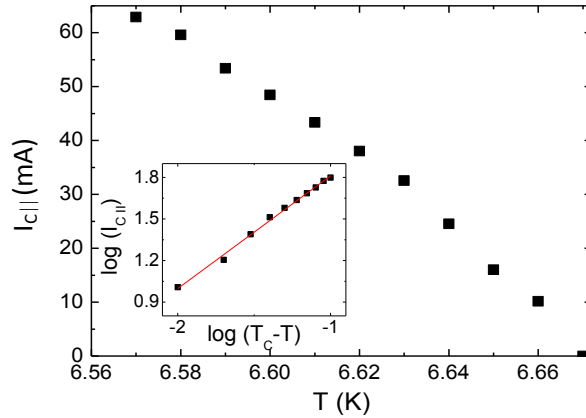


Figura 3.19. (a) V vs I para diversos valores de ϕ , con $\mu_0 H = 1 \text{ T}$ y $T = 6.63 \text{ K}$, con el eje Y en escala logarítmica. (b) V vs I para diversos valores de ϕ , con $\mu_0 H = 6 \text{ T}$ y $T = 4.90 \text{ K}$, con el eje Y en escala logarítmica.

(a)



(b)



(c)

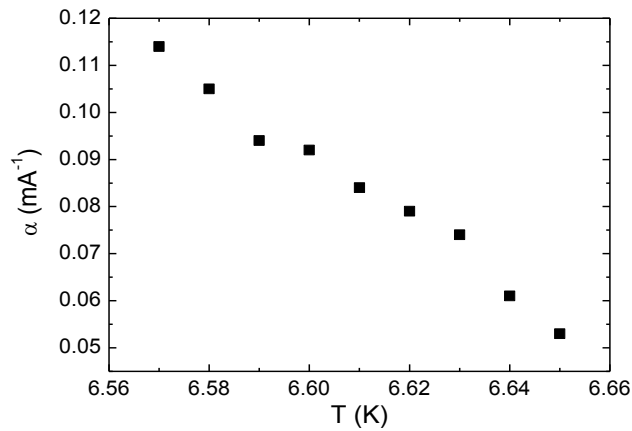


Figura 3.20. (a) V vs I para $\mu_0 H = 1T$ y $\varphi = 0$ a distintas temperaturas. (b) $I_{C||}$ vs T , usando un criterio $V_C = 0.1 \mu V$. En el inset, $\log(I_{C||})$ vs $\log(T_C - T)$. (c) α frente a T , obtenido de la pendiente de los ajustes lineales de las curvas en (a).

La figura 3.20a muestra V vs I con el eje Y en escala logarítmica para $\mu_0 H = 1T$ y $\varphi = 0$, a distintas temperaturas. Puede observarse que todos los casos se ajustan a una recta (excepto para corrientes más altas), confirmando la dependencia exponencial de $V(I)$, a excepción de la temperatura más alta, correspondiente a $T_c(H)$. La componente óhmica que aparece a esa temperatura genera una dependencia lineal que se traduce en una curvatura al representar el eje Y en escala logarítmica.

Tomando como criterio $V_c = 0.05 \mu V$, se ha obtenido $J_{c||}(T)$ a partir de las curvas anteriores (figura 3.20b). Los trabajos de Brandt predicen una corriente crítica paralela a los vórtices que viene dada por [26]:

$$J_{c||} \sim 2H(c_{66}/c_{11})^{1/2}$$

donde c_{11} y c_{66} son los módulos de elasticidad de la red de vórtices para compresión y cizalla, respectivamente. Cerca de la transición (como es el caso), el módulo de cizalla se ablanda rápidamente y es proporcional a [26]:

$$c_{66} \sim b^{-1}(1 - b)^2, \quad b = \mu_0 B / H_{c2}(T)$$

Mientras que c_{11} tiende a un valor constante. Por tanto la corriente crítica predicha por Brandt para iniciar inestabilidades helicoidales evoluciona cerca de la transición como:

$$J_{c||} \sim (T_c(H) - T)^{1/2}$$

El *inset* de la figura 3.20b representa $\log(J_{c||})$ vs $\log(T_c(H) - T)$. Los datos se ajustan bien a una recta con pendiente 0.78, mostrando que en efecto hay una dependencia de tipo potencial, pero con un exponente mayor que el predicho:

$$J_{c||} \sim (T_c(H) - T)^{0.78}$$

La expresión obtenida por Brandt [26] se limita a superconductores isótropos, y no se ha desarrollado aún un tratamiento teórico para superconductores anisótropos con el campo aplicado paralelo a las capas. La forma anisotrópica de los vórtices en este caso facilita las deformaciones de cizalla paralelas al plano ab [41], lo que podría hacer que el módulo de cizalla efectivo disminuya al acercarse a la transición más rápidamente que en un superconductor isótropo, explicando por qué se ha obtenido un exponente cercano a $3/4$ en lugar de a $1/2$.

Resultados similares se han obtenido para campos de 2T (Figura 3.21).

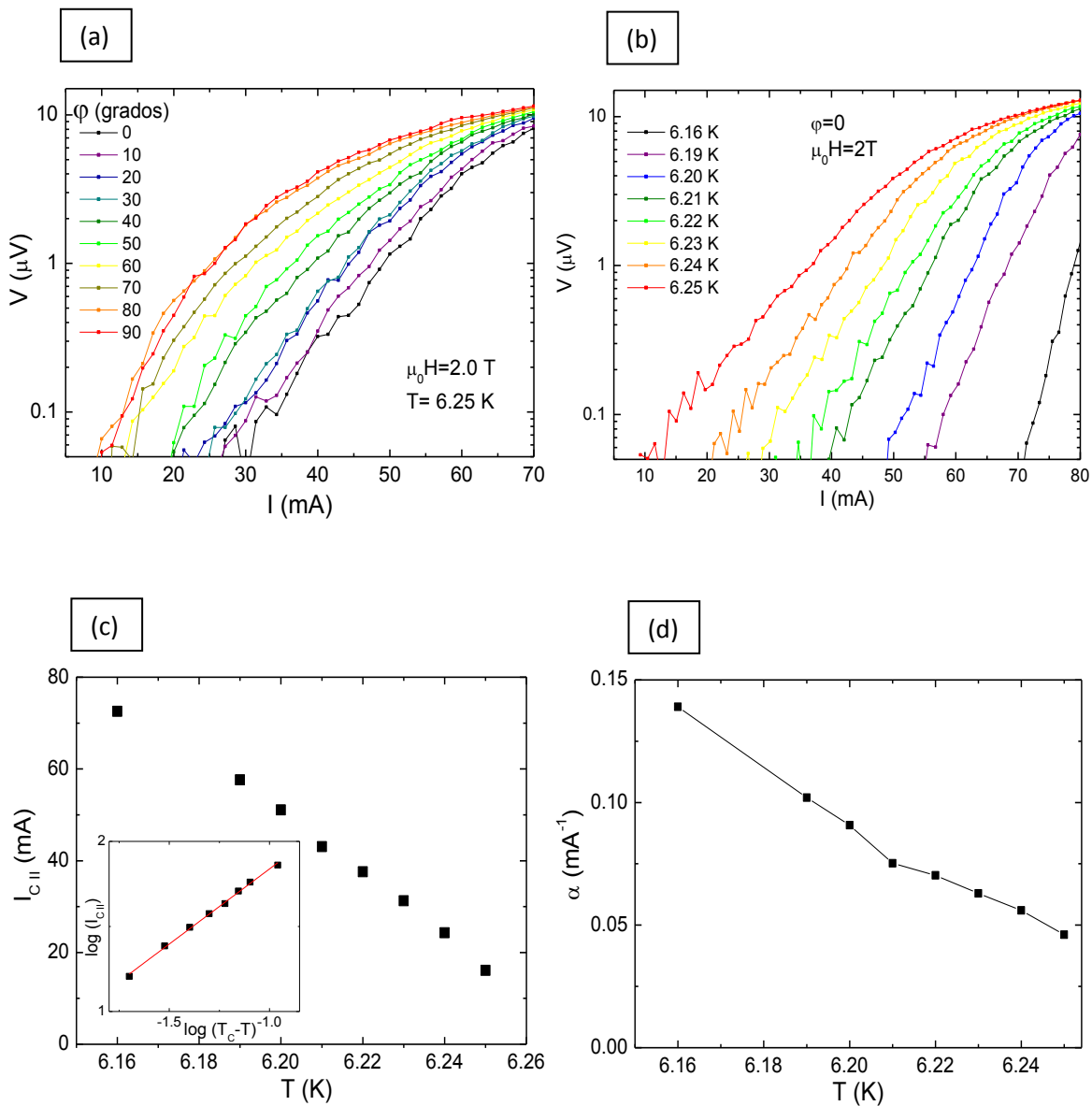


Figura 3.21. (a) V vs I para $\mu_0 H = 2 \text{ T}$ y $T = 6.25 \text{ K}$ para distintos valores de ϕ . (b) V vs I para $\mu_0 H = 2 \text{ T}$ y $\phi = 0$, para distintos valores de T . (c) $I_{C||}$ vs T , usando un criterio $V_C = 0.1 \mu\text{V}$. En el inset, $\log(I_{C||})$ vs $\log(T_C - T)$, el ajuste lineal da un exponente de 0.83 (d) α frente a T , obtenido de la pendiente de los ajustes lineales de las curvas en (b).

3.5 Conclusiones

En este capítulo se ha estudiado la dinámica de vórtices en monocristales de NbSe₂, con el campo y la corriente aplicados en distintas configuraciones, centrándose en dos aspectos:

- Por un lado se han realizado medidas de corriente crítica en función del ángulo θ que el campo magnético forma con las capas, con el fin de estudiar si hay indicios de *pinning* periódico generado por la estructura del NbSe₂. La dependencia es suave sin mostrar ningún pico o característica especial para $\theta=0$. Mediante escalado de los datos se ha visto que esta dependencia de I_c con θ viene determinada por la anisotropía en el campo crítico superior, sin observarse ningún efecto de *pinning* intrínseco.
- Por otro lado se ha estudiado la evolución de las características V-I al variar el ángulo φ entre la corriente y el campo aplicado, manteniendo ambos paralelos a las capas. Se ha observado un cambio gradual desde un régimen óhmico cuando H e I son perpendiculares y la fuerza de Lorentz es máxima; a un comportamiento de tipo exponencial cuando son paralelos (configuración libre de fuerzas):

$$V = V_C \cdot e^{\alpha(I-I_{c||})}$$

- La corriente crítica evoluciona con φ de la manera predicha por el modelo elíptico del estado crítico [28]. Se ha encontrado que en particular, la corriente crítica paralela al campo evoluciona al bajar la temperatura como

$$J_{c||} \sim (T_C(H) - T)^{0.78}$$

Mientras que la teoría predice una dependencia de raíz cuadrada. La anisotropía del superconductor, que facilita los movimientos de cizalla paralelos al plano ab, podría reducir el módulo de cizalla efectivo y explicar así el comportamiento observado.

Referencias:

- [1] J.A. Wilson and A.D. Yoffe, "The transition metal dichalcogenides: discussion and interpretation of the observed optical, electrical and structural properties", *Adv. Phys.*, **18**, 193 (1969); J.A. Wilson, F.S. di Salvo and S. Mahajan, "Charge-density waves and superlattices in the metallic layered transition metal dichalcogenides", *Adv. Phys.*, **24**, 117 (1975)
- [2] R.A. Klemm, "Pristine and intercalated transition metal dichalcogenide superconductors", *Physica C*, **514**, 86 (2015).

- [3] J.L. Vicent, S.J. Hillenius and R.V. Coleman, "Critical field enhancement and reduced dimensionality in superconducting layer compounds", *Phys. Rev. Lett.*, **44**, 892 (1980).
- [4] R.A. Klemm, M.R. Beasley and A. Luther, "The upper critical field of layered superconductors", *J. Low Temp. Phys.*, **16**, 607 (1974).
- [5] F.C. Hsu, J.Y. Luo, K.W. Yeh, T.K. Chen, T.W. Huang, P.M. Wu, Y.C. Lee, Y.L. Huang, Y.Y. Chu, D.C. Yan and M.K. Wu, "Superconductivity in the PbO-type structure α -FeSe", *Proc. Nat. Acad. Sci.*, **105**, 14262 (2008)
- [6] I. Guillamón, H. Suderow, S. Vieira, L. Cario, P. Diener and P. Rodiere, "Superconducting density of states and vortex cores of 2H-NbS₂", *Phys. Rev. Lett.*, **101**, 166407 (2008)
- [7] M. Marchevsky, M.J. Higgins and S. Bhattacharya, "Two coexisting vortex phases in the peak effect regime in a superconductor", *Nature*, **409**, 591 (2000); G. Shaw, P. Mandal, S.S. Banerjee, A. Niazi, A.K. Rastogi, A.K. Sood, S. Ramakrishnan and A.K. Grover, "Critical behavior at depinning of driven disordered vortex matter in 2H-NbS₂", *Phys. Rev. B*, **85**, 174517 (2012).
- [8] W. Henderson, E.Y. Andrei and M.J. Higgins, "Plastic motion of a vortex lattice driven by an alternating current", *Phys. Rev. Lett.*, **81**, 2352 (1998); X. Du, G. Li, E.Y. Andrei, M. Greenblatt and P. Shuk, "Ageing memory and glassiness of a driven vortex system", *Nature Physics*, **3**, 111 (2007); G. Pasquini, D. Pérez Daroca, C. Chilotte, G.S. Lozano and V. Bekeris, "Ordered, disordered and coexistent stable vortex lattices in NbSe₂ single crystals", *Phys. Rev. Lett.*, **100**, 247003 (2008); M. Marziali Bermúdez, M.R. Eskildsen, M. Bartkowiak, G. Nagy, V. Bekeris, G. Pasquini, "Dynamic reorganization of vortex matter into partially disordered lattices", *Phys. Rev. Lett.*, **115**, 109902 (2015)
- [9] W.K. Kwok, U. Welp, V.M. Vinokur, S. Fleshler, J. Downey and G.W. Crabtree, "Direct observation of intrinsic pinning by layered structure in single crystal YBa₂Cu₃O_{7- δ} ", *Phys. Rev. Lett.*, **67**, 390 (1991); R.A. Doyle, A.M. Campbell and R.E. Somekh, "Direct observation of intrinsic pinning in YBCO thin films", *Phys. Rev. Lett.*, **71**, 4241 (1993); P.H. Kes, J. Aarts, V.M. Vinokur and C.J. Van der Beek, *Phys. Rev. Lett.*, **64**, 1063 (1990)
- [10] J.R. Clem, "Spiral-Vortex expansion instability in type-II superconductors", *Phys. Rev. Lett.*, **38**, 1425 (1977).
- [11] C.S. Oglesby, E. Bucher, C. Kloc, H. Hohl, "Growth of faceted niobium diselenide", *J. Cryst. Growth*, **137**, 289 (1994).
- [12] J.T. Ye, Y.J. Zhang, R. Akashi, M.S. Bahramy, R. Arita and Y. Iwasa, "Superconducting dome in a gate-tuned band insulator", *Science*, **338**, 1193 (2012); N.E. Staley, J. Wu, P. Eklund, Y. Liu, L. Li and Z. Xu, "Electric field

- effect on superconductivity in atomically thin flakes of NbSe₂", *Phys. Rev. B*, **80**, 184505 (2009).
- [13] J.G. Rodrigo and S. Vieira, "STM study of multiband superconductivity in NbSe₂ using a superconducting tip", *Physica C*, **404**, 306 (2004); M. Zehetmayer and H.W. Weber, "Experimental evidence for a two-band superconducting state of NbSe₂ single crystals", *Phys. Rev. B*, **82**, 014524 (2010).
 - [14] V.L. Ginzburg, "On the theory of anisotropic superconductivity", *Zh. Eksp. Teor. Fiz.*, **23**, 236 (1952). Citado en "On superconductivity and superfluidity: a scientific autobiography", de V.L. Ginzburg, Springer (2009).
 - [15] M. Tinkham, "Introduction to Superconductivity", Dover (1996).
 - [16] W.E. Lawrence and S. Doniach, *Proc. 12th Int. Conf. Low Temp. Phys.*, Kyoto, 361 (1970).
 - [17] L.N. Bulaevskii, "Superconductivity and electronic properties of layered compounds", *Sov. Phys. Usp.*, **18**, 514 (1975).
 - [18] S.T. Ruggiero, T.W. Barbee Jr and M.R. Beasley, "Superconductivity in quasi-two-dimensional layered composites", *Phys. Rev. Lett.*, **45**, 1299 (1980); C.S.L. Chun, G.G. Zheng, J.L. Vicent and I.K. Schuller, "Dimensional crossover in superlattice superconductors", *Phys. Rev. B*, **29**, 4915 (1984).
 - [19] E.W. Scheidt, M. Herzinger, A. Fisher, D. Schmitz, J. Reiners, F. Mayr, F. Loder, M. Baenitz and W. Scherer, "On the nature of superconductivity in the anisotropic dichalcogenide NbSe₂{CoCp₂}_x", *J. Phys. Condens. Matter*, **22**, 27 (2015).
 - [20] H. Raffy and E. Guyon, "Dependence of critical current and fields of periodically modulated superconducting alloys on modulation amplitude", *Physica B*, **108**, 947 (1981); J.I. Martin, M. Vélez and J.L. Vicent, "Multilayer pinning in a-axis-oriented EuBa₂Cu₃O₇/PrBa₂Cu₃O₇ superconducting superlattices", *Phys. Rev. B*, **52**, 3873 (1995).
 - [21] W.K. Kwok, J. Fendrich, U. Welp, S. Fleshler, J. Downey, and G.W. Crabtree, "Suppression of first order vortex melting transition by intrinsic pinning in YBa₂Cu₃O_{7-δ}", *Phys. Rev. Lett.* **72**, 1088 (1994); S.N. Gordeev, A.A. Zhukov, P.A.J. de Groot, A.G.M. Jansen, R. Gagnon, and L. Taillefer, "Oscillatory melting temperature of the vortex smectic phase in layered superconductors", *Phys. Rev. Lett.* **85**, 4594 (2000); S.A. Baily, B. Maiorov, H. Zhou, F.F. Balakirev, M. Jaime, S.R. Foltyn, and L. Civale, "Smectic vortex phase in optimally doped thin YBa₂Cu₃O₇ films", *Phys. Rev. Lett.* **100**, 027004 (2008).
 - [22] M. Vélez, Tesis doctoral: "Corriente crítica y mecanismos de disipación en películas y superredes de superconductores de alta T_c", Universidad Complutense de Madrid, 1995
 - [23] P.J.W. Moll, L. Balicas, V. Geshkenbein, G. Blatter, J. Karpinski, N.D. Zhigadlo and B. Batlogg, "Transition from slow Abrikosov to fast moving

- Josephson vortices in iron pnictide superconductors”, *Nature Materials*, **12**, 134 (2013).
- [24] S.T. Sekula, R.W. Boom and C.J. Bergeron, “Longitudinal critical currents in cold-drawn superconducting alloys”, *Appl. Phys. Lett.*, **2**, 102 (1963); M.A.R. LeBlanc, “Pattern of current flow in nonideal type-II superconductors in longitudinal magnetic fields.I”, *Phys. Rev.*, **143**, 220 (1966).
 - [25] A.M. Campbell and J.E. Evetts, “Critical currents in superconductors”, *Taylor and Francis Limited* 1972; J.E. Evetts, “Concise encyclopedia of magnetic and superconducting materials”, *Pergamon Press* 1992
 - [26] E.H. Brandt, “The maximum possible loss-free current of type-II superconductors with flux pinning”, *Phys. Lett. A*, **77**, 484 (1980); E.H. Brandt, “Longitudinal critical current in type-II superconductors. I. Helical vortex instability in the bulk”, *Journal of Low Temperature Physics*, **44**, 33 (1981).
 - [27] C.P. Beam, “Magnetization of hard superconductors”, *Phys. Rev. Lett.*, **8**, 250 (1962)
 - [28] C. Romero-Salazar and F. Pérez-Rodríguez, “Elliptic flux-line-cutting critical state model”, *Appl. Phys. Lett.*, **83**, 5256 (2003)
 - [29] J.R. Clem, “Theory of flux cutting and flux transport at the critical current of a type II superconducting cylindrical wire”, *Phys. Rev. B*, **83**, 214511 (2011); J.R. Clem, M. Weigand, J.H. Durrell and A.M. Campbell, “Theory and experiment testing flux-line cutting physics”, *Supercond. Sci. Technol.*, **24**, 062002 (2011)
 - [30] J.R. Clem, “Flux-line-cutting losses in type-II superconductors”, *Phys. Rev. B*, **26**, 2463 (1982)
 - [31] Ph. Vanderbenden, Z. Hong, T.A. Coombs, S. Denis, M. Ausloos, J. Schwartz, I.B. Rutel, N. Hari Babu, D.A. Cardwell and A.M. Campbell, “Behaviour of bulk high-temperature superconductors of finite thickness subjected to crossed magnetic fields: Experiment and model”, *Phys. Rev. B*, **75**, 174515 (2007)
 - [32] Y.A. Genenko, “Magnetic self-entry into a current-carrying tipe-II superconductor, II. Helical vortices in a longitudinal magnetic fields”, *Phys. Rev. B*, **51**, 3686 (1995); R. Cortés-Maldonado, O. De la Peña-Seaman, V. García-Vázquez and F. Pérez-Rodríguez, “On the extended elliptic critical-state model for hard superconductors”, *Supercond. Sci. Technol.*, **26**, 125001 (2013)
 - [33] M. Kohandel and M. Kardar, “Instability and fluctuations of flux lines with point impurities in a parallel current”, *Phys. Rev. B*, **61**, 11729 (2000).
 - [34] M. Shvartsner, M. Gitterman and B.Y. Shapiro, “Dynamics of helical vortices in a superconducting wire”, *Physica C*, **264**, 204 (1996).

- [35] M.G. Blamire and J.E. Evetts, "Critical currents and flux cutting in thin superconducting films", *Appl. Phys. Lett.*, **46**, 1181 (1985).
- [36] W.K. Kwok, U. Welp, G.W. Crabtree, K.G. Vandervoort, R. Hulscher and J.Z. Liu, *Phys. Rev. Lett.*, **64**, 966 (1990).
- [37] M.A.R. Leblanc, S. Celebi, S.X. Wang and V. Plechacek, "Cross-flow of flux lines in the weak link regime of high-T_c superconductors", *Phys. Rev. Lett.*, **71**, 3367 (1993).
- [38] M.V. Indenbom, C.J. Van der Beek, V. Berseth, W. Benoit, G. D'Anna, A. Erb, E. Walker and R. Flukiger, "Magneto-optical observation of twisted vortices in type-II superconductors", *Nature*, **385**, 702 (1997).
- [39] S. Ooi, T. Mochiku and K. Hirata, "Vortex lattice melting induced by force-free current in Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ}", *Phys. Rev. B*, **76**, 224527 (2007).
- [40] B. Maiorov, Q.X. Jia, H. Zhou, H. Wang, Y. Li, A. Kursunovic, J.L. MacManus-Driscoll, T.J. Haugan, P.N. Barnes, S.R. Foltyn and L. Civale, "Effects of the variable Lorentz force on the critical current in anisotropic superconducting thin films", *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, **17**, 3697 (2007).
- [41] E.W. Carlson, A.H. Castro Neto and D.K. Campbell, "Vortex liquid crystals in anisotropic type II superconductors", *Phys. Rev. Lett.*, **90**, 087001 (2003)

4

Mecanismos de pinning y longitudes características en sistemas con potenciales periódicos de anclaje

4.1 Introducción

Las técnicas de litografía han permitido en los últimos años la fabricación de centros artificiales de anclaje en películas superconductoras. Sus tamaños, comparables a las longitudes características del superconductor (longitudes coherente y de penetración) hacen de ellos centros fuertes de anclaje (*pinning*), con gran impacto en la dinámica de vórtices [1]-[6].

La posibilidad de generar potenciales de *pinning* de geometría arbitraria ha despertado gran interés y motivado numerosos estudios en el campo de la física de vórtices durante las dos últimas décadas, dando como fruto la observación de nuevos efectos y una mejor comprensión de los mecanismos de *pinning* [3]-[4],[7]-[8]. Sin embargo, aún quedan numerosas cuestiones básicas por entender.

En este capítulo se ha estudiado el efecto sobre la dinámica de vórtices de potenciales periódicos de *pinning* generados por diversos mecanismos (efecto de proximidad, corrugación y campos de fugas), profundizando en su relación con las longitudes características del superconductor.

En la primera sección se estudian las propiedades de transporte eléctrico en estos sistemas muy cerca de la temperatura crítica. Al acercarse a T_c , la longitud de coherencia tiende a divergir, volviéndose comparable a la separación entre centros de anclaje. En esta situación la película superconductora puede dejar de comportarse como tal, y asemejarse más a una red de hilos superconductores interconectados ("*superconducting wire network*", SWN en adelante), de carácter unidimensional [9]-[11].

Con el objeto de comprobar si este cambio de régimen tiene lugar, se han estudiado muy cerca de T_C las propiedades de transporte de dos muestras con *pinning* periódico. El origen del *pinning* es muy distinto en ambos casos: en uno es generado por la corrugación de la película, causada por dots de Si aislante; en el otro, por el campo de fuga de dots de Co/Pd imanados perpendicularmente. Comparando los resultados con el reciente trabajo de A. Gómez et al. [12], se ha analizado bajo qué situaciones tiene lugar este cambio de régimen.

La mayor parte de la literatura considera que el carácter magnético de los dots aumenta su eficacia como centros de anclaje de vórtices [7],[13]-[14]. En la segunda sección se han comparado las propiedades de transporte de dos sistemas con *pinning* periódico, usando dots magnéticos (Py) y no magnéticos (Cu).

Se ha observado como la interacción entre el campo de fuga generado por el dot causa un confinamiento del campo magnético generado por el vórtice, reduciendo la longitud coherente de manera efectiva y empeorando el anclaje de los vórtices intersticiales.

En la tercera y última sección de este capítulo se profundiza en el efecto del campo de fuga generado por dots magnéticos, en esta ocasión columnas de Ni de 160 nm de altura. La anisotropía de forma causa histéresis en la componente de imanación perpendicular al campo, lo que permite tener una fuerza de *pinning* dependiente de la historia magnética, causando irreversibilidad en las propiedades de magnetorresistencia.

4.2 Longitud coherente y potenciales mesoscópicos: propiedades de transporte eléctrico cerca de T_C .

El efecto de conmensurabilidad, explicado en el capítulo 1, consiste en la observación de mínimos en la resistencia (o máximos en la corriente crítica), equiespaciados en campo magnético [1]-[5]. Se observa en películas con potenciales de *pinning* periódicos, y los campos de ajuste o *matching* para los cuáles ocurre el mínimo en resistencia corresponden a situaciones en las que la densidad de vórtices es múltiplo de la densidad de centros de anclaje:

$$B_n = n \cdot \frac{\phi_0}{A} \quad (4.1)$$

siendo A el área de la celda unidad de la red de centros de *pinning*.

El *pinning* es enteramente responsable de este efecto.

Otro conocido fenómeno responsable de oscilaciones en la resistencia es el efecto Little-Parks [15]. Éste consiste en una oscilación de la T_C en anillos o cilindros superconductores al aplicar un campo magnético: la T_C es máxima cada vez que el flujo a través del área que encierran es múltiplo de ϕ_0 . Estas variaciones en T_C originan oscilaciones en resistencia.

Una red de SWN (Figura 4.1a) puede considerarse como un conjunto de anillos superconductores conectados entre sí, de tal manera que también experimentarán oscilaciones en la resistencia, con un espaciado en campo ΔB constante:

$$\Delta B = \phi_0/S \quad (4.2)$$

siendo S el área encerrada por cada anillo del SWN [9]-[11].

Cuando la temperatura es cercana a T_C la longitud de coherencia tiende a divergir, y puede volverse del orden de la separación entre dots. Si la superconductividad sobre los dots se encuentra suprimida (por el campo de fuga o el efecto de proximidad), la película se comportará como un conjunto de hilos superconductores (los canales entre los dots) conectados entre sí (Figura 4.1b). Es decir, el comportamiento del sistema será similar al de un SWN [13],[16]. El origen de las oscilaciones en resistencia en este rango de temperaturas podría por tanto deberse al efecto Little-Parks, no al de conmensurabilidad puesto que los campos de *matching* son idénticos en ambos casos.

Con el fin de entender en qué situaciones este tipo de sistemas entran en régimen SWN, se han estudiado las propiedades de transporte muy cerca de T_C de dos muestras con redes cuadradas (400 nm x 400 nm) de dots de 200 nm de diámetro y 40 nm de altura.

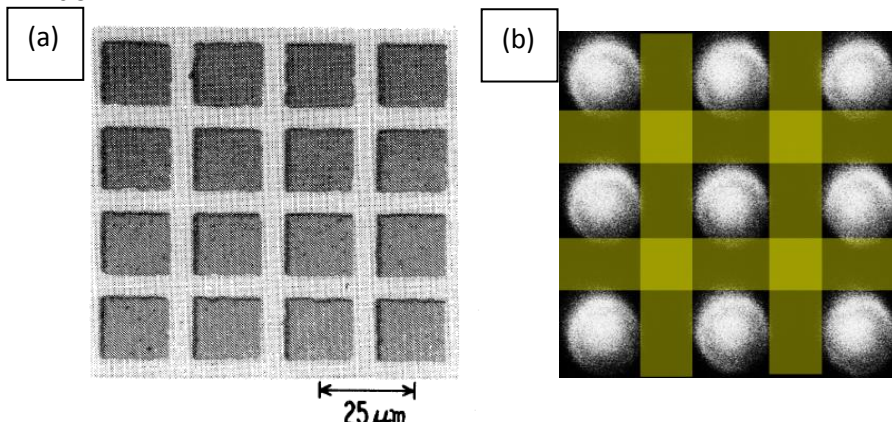


Figura 4.1. (a) Imagen SEM de una SWN. (b) Imagen SEM de una red de dots. Muy cerca de T_C , el sistema se asemeja a una SWN (líneas amarillas). La superconductividad sobre los dots está suprimida.

En el primer caso son dots de Si sobre los que se ha crecido una película de Nb superconductor de 100 nm de espesor. Los dots, aislantes, provocarán una corrugación en la película de Nb que será el origen del pinning.

En el segundo caso, los dots fueron fabricados de una multicapa de Co/Pd [17]. La anisotropía de superficie favorece la imanación fuera del plano, con lo que los dots crearán un intenso stray field en la película. En esta ocasión fueron crecidos encima de la película de Nb para evitar efectos de corrugación.

4.2.1 Efecto Little-Parks

El flujo contenido a través de cualquier camino cerrado en un superconductor ha de ser múltiplo del cuanto de flujo:

$$\phi = n \cdot \phi_0 \quad (4.3)$$

Si se considera un cilindro superconductor de radio R, y de pared fina ($\ll \lambda$) y se le aplica un campo

$$B_1 = \phi_0 / \pi R^2 \quad (4.4)$$

Entonces la anterior condición se cumple de manera automática. Si en cambio el campo aplicado es ligeramente menor, deberá crear supercorrientes en un sentido para aportar el flujo extra necesario para cumplirla. Si es ligeramente mayor, las creará en el sentido opuesto para contrarrestar.

Esa corriente que deberá crear el cilindro tiene un coste energético, por lo que el ahorro de energía libre al transitar del estado normal al superconductor será menor. Esto se traduce en una menor T_C .

Es decir, la T_C del cilindro oscila con el campo y es máxima para campos que cumplen $B_n = n \cdot B_1$. Se puede comprobar que, en el límite sucio, la variación de T_C evoluciona como [18]:

$$\frac{\Delta T_C(H)}{T_C} = 0.73 \frac{\xi_0 \cdot l}{R^2} \left(n - \frac{\phi}{\phi_0} \right)^2 \quad (4.5)$$

donde ξ_0 es la longitud de coherencia BCS y l el recorrido libre medio.

Tal como se esquematiza en la figura 4.2, la oscilación con el campo de T_C lleva aparejada una oscilación también en R.

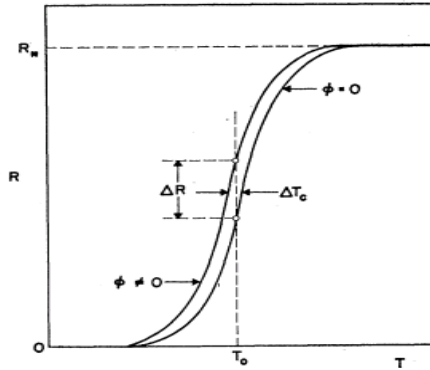


Figura 4.2. Variación ΔR de la resistencia causada por una variación en T_c .

Cabe destacar que si bien hay una variación en T_c , la teoría no predice ninguna variación en la anchura de la transición.

4.2.2 Oscilaciones de resistencia en películas nanoestructuradas: SWN vs *pinning*

El régimen SWN ha sido observado de manera recurrente en películas superconductoras con arrays de antidots (agujeros), tanto con medidas de transporte como de imanación [12],[16],[19]-[21].

Moshchalkov *et al* [16] observaron cómo al aumentar el tamaño de estos antidots, o la temperatura, las películas pasaban del régimen de lámina delgada al de SWN. La figura 4.3a muestra las medidas de M vs H en ese trabajo. Se observa como para bajas temperaturas las curvas muestran “hombros” en los campos de matching: comportamiento típico del efecto de conmensurabilidad debido al *pinning*. A mayores temperaturas, los “hombros” son sustituidos por máximos, como corresponde al efecto Little-Parks, y la muestra ha pasado al régimen de SWN.

El régimen de SWN puede también detectarse mediante medidas de transporte, midiendo $H_{C2}(T)$ en la dirección perpendicular a la película. Para una película delgada, la dependencia del campo crítico con T viene dada por [18]:

$$H_{C2}(T) = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi(0)^2} \left(1 - \frac{T}{T_c}\right) \quad (4.6)$$

es decir, es lineal con la temperatura hasta T_c . En cambio, para un hilo superconductor de anchura d , viene dado por [18],[20]:

$$H_{C2}(T) = \frac{\Phi_0}{\pi d \xi(0)} \sqrt{\left(1 - \frac{T}{T_c}\right)} \quad (4.7)$$

por lo que en este caso la dependencia es con la raíz cuadrada.

Esta diferencia permite distinguir el régimen SWN del de película delgada. La figura 4.3b muestra $H_{C2}(T)$ en una película de Nb con un array triangular de antidots, donde se ve cómo evoluciona como una raíz cuadrada al acercarse a T_c . Además, debido al efecto Little-Parks, la temperatura crítica muestra claras oscilaciones al variar el campo, confirmando una situación de SWN.

En el caso de antidots, es claro que la superconductividad está suprimida en su interior, por lo que para observar el régimen SWN solo es necesario acercarse lo suficiente a T_c , hasta que $\xi \sim d$, siendo d la separación entre dots.

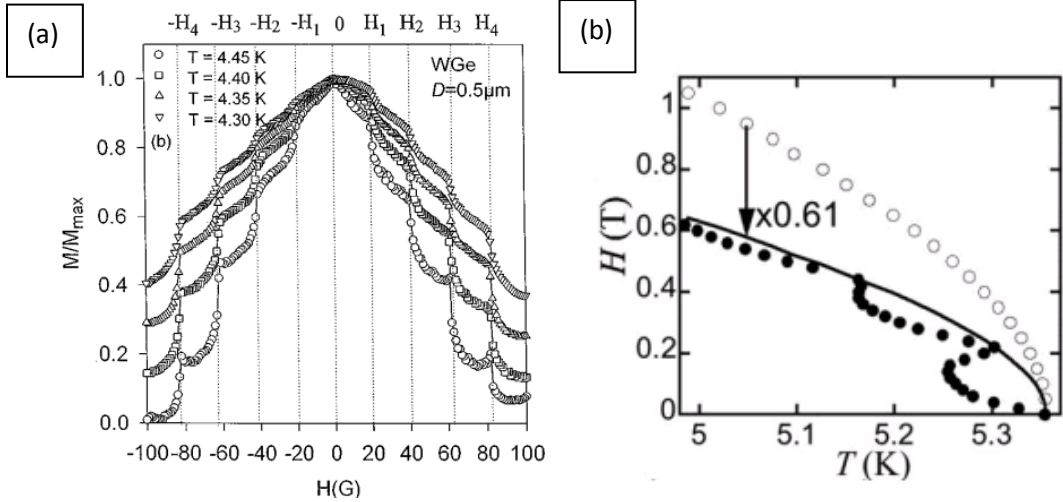


Figura 4.3. Observación del régimen SWN en películas superconductoras con redes de antidots. (a) M vs H a distintas temperaturas (Moshchalkov *et al* [16]). Las temperaturas más altas muestran picos en vez de “hombros”. (b) $H_{C2}(T)$ con el campo en paralelo (círculos huecos) y perpendicular (círculos sólidos) a la película (Patel *et al* [20]).

Para observar el efecto de conmensurabilidad mediante medidas de transporte siempre es necesario trabajar cerca de la temperatura crítica, típicamente por encima de $0.9 T_c$, para evitar usar corrientes excesivamente altas. El trabajo de Patel *et al* [20] puso en duda el origen de las oscilaciones en resistencia observadas en películas con pinning periódico: es posible que algo tradicionalmente asociado al *pinning* de vórtices fuera en realidad causado por el

efecto Little-Parks, debido a que en el rango de temperaturas en el que se mide el sistema pudiera estar en régimen SWN.

La presencia de un régimen SWN cerca de T_C no había sido analizada en películas con arrays de dots. Al contrario que en los arrays de antidots, la continuidad de la película superconductora no se rompe, por lo que la formación de “agujeros” en los que la superconductividad está suprimida no es tan evidente.

Para responder a este interrogante, Gómez *et al* [12] estudiaron las propiedades magnéticas y de transporte de una película de Nb con una red cuadrada (400 nm x 400 nm) de dots de Ni (en estado vórtice magnético), cerca de la temperatura crítica. La figura 4.4a muestra $H_{C2}(T)$ vs T , con el campo aplicado en perpendicular a la película. Puede observarse como la dependencia es totalmente lineal, como corresponde a una lámina delgada, hasta llegar muy cerca de T_C . En torno 0.994 T_C la dependencia empieza a tornarse parabólica y aparecen oscilaciones de Little-Parks en la temperatura de transición.

Por tanto, este régimen de SWN está también presente en este tipo de muestras. El efecto de proximidad y el campo de fuga generado por los dots de Ni son lo suficientemente fuerte como para deprimir la superconductividad sobre ellos, creando el efecto de un “agujero” en la película. Para la temperatura $T=0.994 T_C$ a la que se observa el cambio de tendencia en $H_{C2}(T)$, la longitud de coherencia es $\xi(0.994 T_C) = 110 \text{ nm}$. Según la teoría [20], el cambio de régimen de película delgada a SWN se produce cuando:

$$\xi(T) \sim \frac{d}{1.84} \quad (4.8)$$

Teniendo en cuenta que el parámetro de red es 400 nm y el radio de los dots es 100 nm, $d = 200 \text{ nm}$. El resultado experimental está por tanto en buen acuerdo con la teoría.

A pesar de observar la existencia de un régimen SWN en este tipo de muestras, el rango de temperatura en el que aparece es realmente pequeño. Teniendo en cuenta que las oscilaciones en resistencia ya son observables a partir de 0.9 T_C (y con medidas magnéticas son detectables aún a menor temperatura), queda claro que el origen de éstas es únicamente el efecto de conmensurabilidad debido al *pinning* de vórtices.

En el pequeño rango a partir de 0.994 T_C , en régimen SWN, el origen de estas oscilaciones es atribuible al efecto Little-Parks. No obstante, Gomez *et al* [12] observan por encima de esa temperatura una oscilación en la anchura de la transición, que se hace mínima en los campos de *matching*. Este efecto es típico

del *pinning* de vórtices. Ello unido a la poca amplitud de las oscilaciones en T_c (muy por debajo de lo esperado por la teoría, Eq 4.5), les lleva a proponer una coexistencia entre ambos efectos: Little-Parks y *pinning* de vórtices.

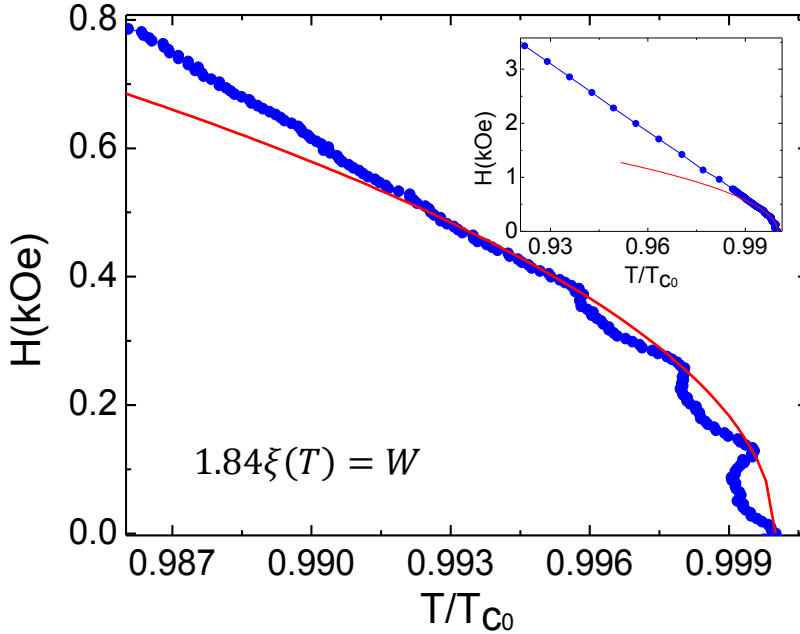


Figura 4.4. H_{c2} vs T (ref. [12]). A partir de 0.994 T_c la tendencia es de raíz cuadrada (ajuste parabólico en rojo). En el Inset, mismas magnitudes representadas en una escala mayor.

Así pues, el efecto de proximidad y el campo de fuga creado por los dots de Ni produce una depresión de la superconductividad en su entorno que sirve primero como mecanismo de *pinning*, y a mayor temperatura llega a generar un “agujero” en la película superconductora que permite observar un paso a régimen SWN.

La proximidad y el campo de fugas sin embargo, no son los únicos mecanismos de *pinning* que intervienen en una muestra con dots: la corrugación periódica que inducen en la película también puede crear un potencial de anclaje.

Para separar su contribución, y estudiar si la pura corrugación puede inducir el paso a SWN, se ha fabricado una muestra con una red de dots de Si de idéntica geometría que la muestra de dots de Ni, sobre la que se ha crecido una película de Nb superconductor. El silicio se comporta como aislante a bajas temperaturas, por lo que no habrá efecto de proximidad.

4.2.3 Efecto de la corrugación

La energía que cuesta crear un vórtice es directamente proporcional a su longitud. Si la película superconductora tiene un espesor d , esta energía viene dada por:

$$E_{v\acute{o}rtice} = \varepsilon \cdot d \quad (4.9)$$

donde ε es la energía de línea del vórtice. Los dots de Si crean una modulación en el espesor de la película de Nb, que se hace más fina en los bordes del dot (Figura 4.5a). Por tanto costará menos energía crear un vórtice en esa zona, y aparecerá un potencial de *pinning* directamente proporcional a la variación de espesor Δd [22]:

$$E_{pinning}(\vec{r}) = \varepsilon \cdot \Delta d(\vec{r}) \quad (4.10)$$

Puesto que la modulación del espesor es periódica también lo será el potencial de *pinning*, permitiendo ver un efecto de conmensurabilidad.

Las figuras 4.5b y 4.5c muestran R vs H para la muestra de dots de Si a dos temperaturas distintas. Se observa claramente una oscilación periódica de la resistencia con periodicidad de 127 Oe, como es de esperar dada la geometría de la red de dots. La corrugación inducida por los dots es suficiente para generar un intenso *pinning*, sin necesidad de efecto de proximidad ni de campos de fuga, por lo que es posible que sea también suficiente para inducir un paso a SWN muy cerca de T_C .

La figura 4.6a muestra $H_{C2}(T)$ vs T entre $0.92 T_C$ y T_C . Siguiendo la ecuación 4.6, se ha realizado un ajuste lineal de la dependencia del campo crítico con la temperatura, obteniendo $\xi(0) = 9.3 \text{ nm}$. Siguiendo el criterio de la ecuación 4.8, el paso de régimen de película delgada a SWN debería ocurrir para $0.994 T_C$. Las curvas de resistencia mostradas en la figura 4.5 son a temperaturas por encima y por debajo de $0.994 T_C$, no observándose ningún cambio cualitativo en la naturaleza de los mínimos que haga pensar en un cambio de régimen.

La figura 4.6b muestra de nuevo $H_{C2}(T)$ vs T mucho más cerca de T_C . En esta ocasión se observa que la tendencia lineal continúa durante todo el rango de temperaturas, hasta T_C . Asimismo, no se aprecian oscilaciones en T_C por efecto Little-Parks. Por tanto, la modulación del espesor ocasionada por los dots no deprime la T_C sobre ellos, por lo que no se formarán “agujeros” en la superconductividad de la película y no se observará régimen de SWN.

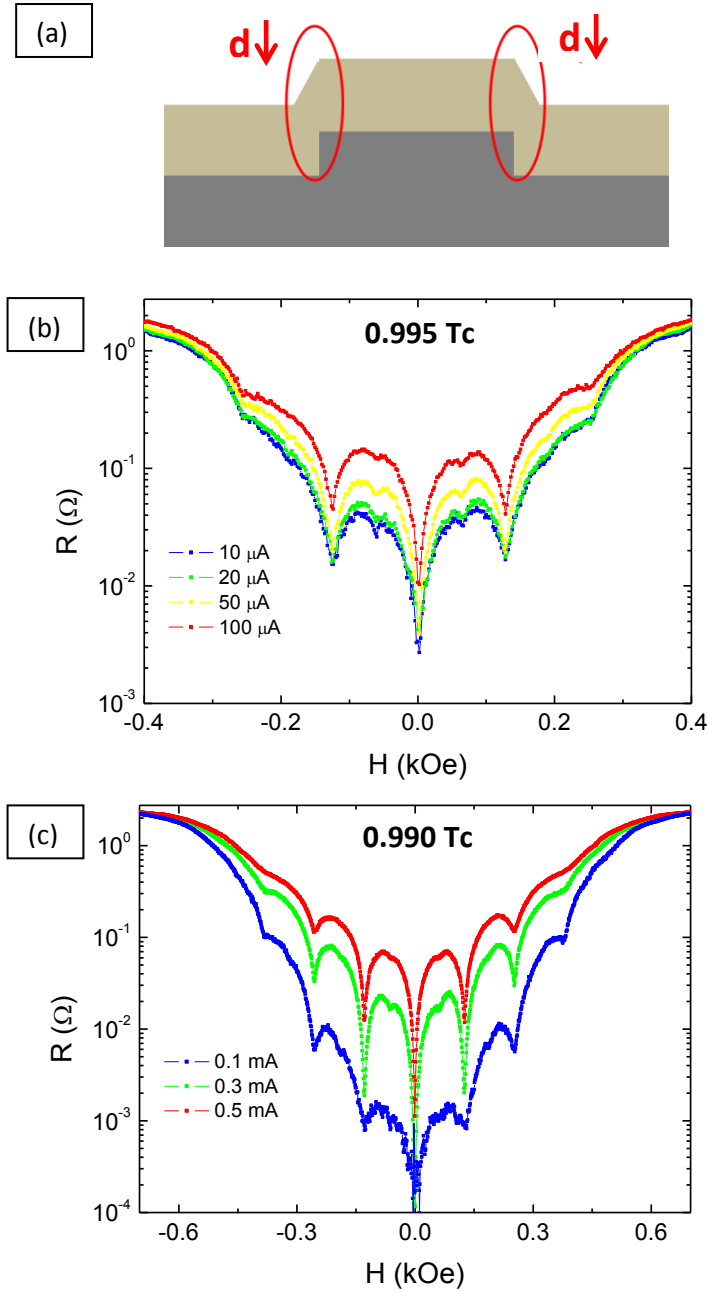


Figura 4.5. (a) Representación esquemática de la modulación del espesor en la muestra. Debajo, R vs H en la muestra de dots de Si para: (b) $T=0.990 T_c$ y (c) $T=0.995 T_c$.

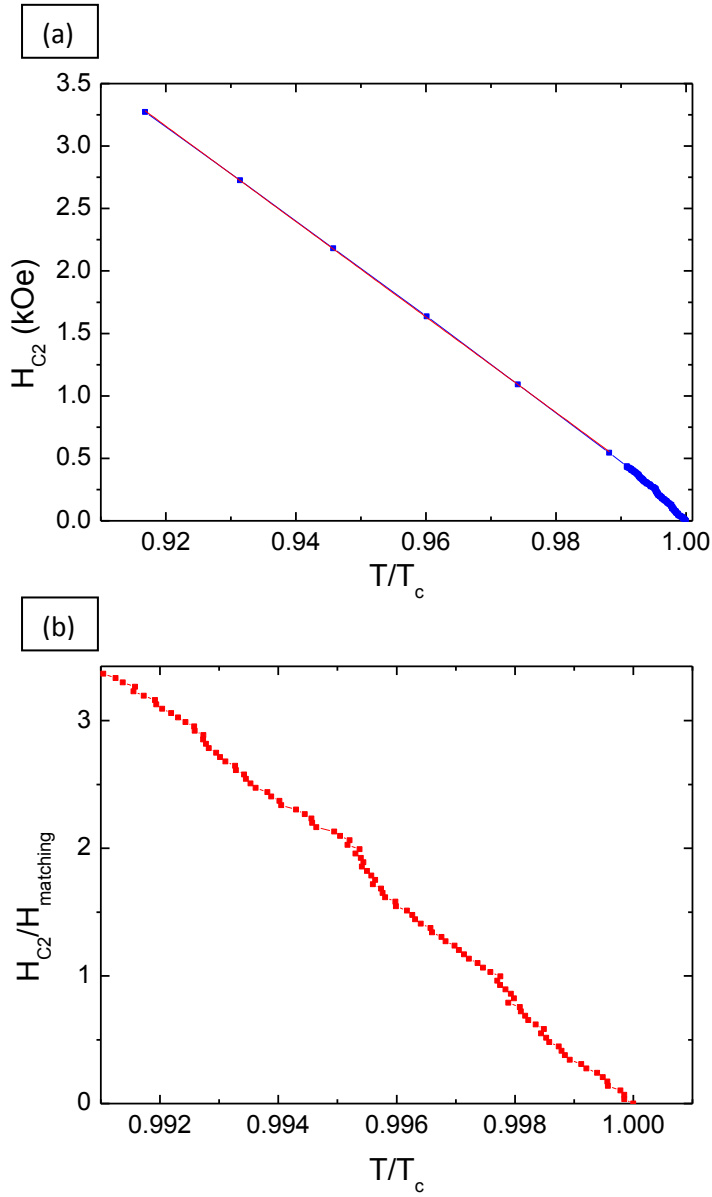


Figura 4.6. (a) H_{C2} vs T en la muestra de dots de Si, usando una corriente de $5 \mu\text{A}$. (b) $H_{C2}/H_{\text{matching}}$ vs T , en un rango de temperaturas menor.

Por tanto, las oscilaciones de resistencia observadas se deberán completamente al *pinning*, poniendo de manifiesto que es posible observar el efecto de conmensurabilidad para cualquier temperatura. Este resultado apoya la conclusión de Gómez *et al* [12], en la que se sugiere una coexistencia entre el efecto de Little-Parks y el de conmensurabilidad en el régimen de SWN para la muestra de dots de Ni.

Por otro lado queda claro que la corrugación por sí misma no puede inducir un régimen SWN, y es necesaria la presencia de otros mecanismos de anclaje que sí depriman T_C , como el efecto de proximidad.

4.2.4 Efecto del campo de fuga

Tras descartar la corrugación como mecanismo responsable de la observación de un régimen de SWN, se fabricó otra muestra con el objeto de investigar más en profundidad la influencia del campo magnético de fuga de las nanoestructuras.

Para ello se fabricó una red de dots de multicapa de Co/Pd sobre una película de Nb (Figura 4.7a). La geometría de la red y los dots es idéntica a la de dots de Si y a la usada en el trabajo de Gómez *et al* [12]. Al estar crecidos encima se evita el efecto de la corrugación; y debido al mínimo recorrido libre medio en la multicapa (del orden del espesor de las capas $\sim 5\text{\AA}$), muy inferior al del Ni, se minimiza el efecto de proximidad.

Los dots de multicapa de Co/Pd fueron fabricados utilizando un portasubstratos giratorio: tras calibrar independientemente cada una de las *sputtering guns*, el portasubstratos se hace rotar a velocidad constante en el interior de la campana. Cada vez que pasa por encima de una de los blancos se deposita la cantidad precisa de material. De esta manera, usando una presión de 12 mtorr se fabricó una multicapa de Co(4 \AA) / Pd (6 \AA). Con esta presión y espesores la multicapa muestra una fuerte anisotropía de superficie, con el eje fácil perpendicular al plano, por lo que el campo de fuga creado será intenso [17]. Para los dots del tamaño fabricado, se ha visto que la imanación es monodominio, con una remanencia de 100% tras saturar [24].

Las figuras 4.7b,c muestran las curvas R vs H a dos temperaturas distintas, en el estado imanado y desimanado de la red de dots. En el estado desimanado no hay rastro de conmensurabilidad, pero al imanar la red en la situación cambia. Cuando el campo externo está en la misma dirección que la imanación de los dots (perpendicular y hacia arriba), la resistencia disminuye y aparece el efecto de conmensurabilidad, indicando un *pinning* más efectivo.

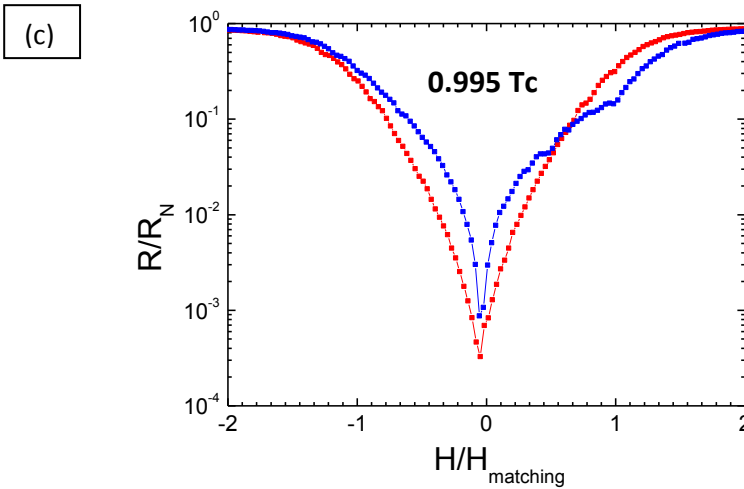
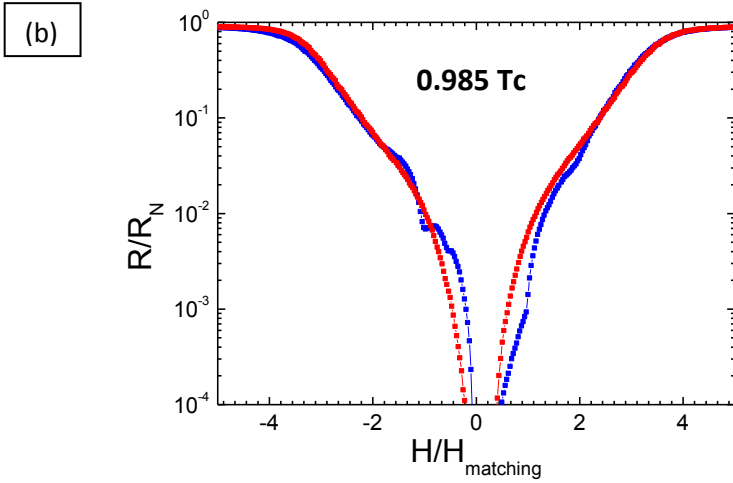
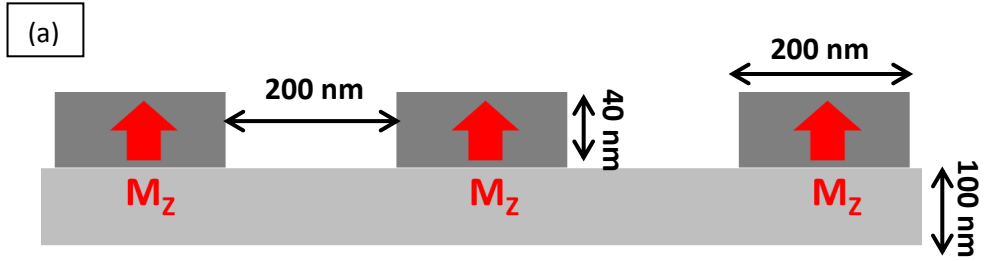


Figura 4.7. (a) Representación esquemática de la muestra, con los dots de Co/Pd (gris oscuro) imanados en positivo y crecidos sobre la película de Nb (gris claro). Debajo, R / R_N vs H / H_{matching} en la muestra de dots de Co/Pd medido con 1.5 mA, con la red de dots desimanada (rojo) e imanada hacia arriba (azul) para 2 temperaturas: (b) $T=0.985 T_c$ y (c) $T=0.995 T_c$

En esta situación los vórtices están anclados debajo de los dots por el campo de fuga, que en esa zona apunta en la misma dirección. Cuando el campo externo apunta en la dirección opuesta el efecto de conmensurabilidad no se observa. Los dots ya no son posiciones favorables sobre las que anclarse, sino que repelen los vórtices. Por tanto, al imanar la red se produce una asimetría respecto al campo en las propiedades de transporte.

Siguiendo la ecuación 4.8, a partir de $0.994 T_C$ debería observarse un cambio a régimen SWN. Las curvas de magnetorresistencia corresponden a temperaturas por encima y debajo de $0.994 T_C$, sin mostrar diferencias cualitativas apreciables.

La figura 4.8a muestra $H_{C2}(T)$ vs T . El comportamiento es lineal hasta T_C , y se aprecian unas pequeñas oscilaciones debido al efecto Little-Parks. Éstas son muy débiles y pueden deberse al ligero efecto de proximidad que los dots ejercen en la película de Nb. Se observa también que, al contrario que en las curvas de magnetorresistencia, hay simetría en $H_{C2}(T)$ al invertir el campo: el comportamiento es el mismo con el campo en la misma o en opuesta dirección que la imanación del dot.

La figura 4.8b muestra un corte transversal del campo de fuga generado por los dots de Co/Pd. El cálculo ha sido realizado con un programa en lenguaje Python, considerando el dot totalmente imanado hacia arriba, discretizando su volumen en cubos de $10 \times 10 \times 10 \text{ nm}^3$, y calculando el campo generado por cada uno de ellos usando la fórmula del dipolo, como se explica con más detalle en el capítulo 6.

Debido al tamaño relativo de los dots y el espesor de la película de Nb, la mayoría de las líneas de campo se cierran sobre el dot sin apenas entrar en la lámina. La intensidad del campo de fuga disminuye muy rápidamente a medida que se adentra en la película, disminuyendo casi un orden de magnitud en el centro de la misma. De esta manera la superconductividad de la película resulta relativamente poco afectada por el campo de fuga y el estado de imanación de los dots. Por lo tanto será equivalente aplicar el campo en la misma dirección que la imanación o en la opuesta. Esto explica la simetría de $H_{C2}(T)$ al invertir el campo.

Esta situación contrasta con otros trabajos en los que el campo de fuga tiene un enorme efecto sobre la transición, generando grandes asimetrías como se observará en el sistema estudiado en el capítulo 6. En todos esos casos, o bien el superconductor ha sido crecido sobre los dots, rellenando las zonas intersticiales donde el campo de fuga es muy intenso [24], o las nanoestructuras son mucho mayores, evitando el cierre prematuro de las líneas de campo [25].

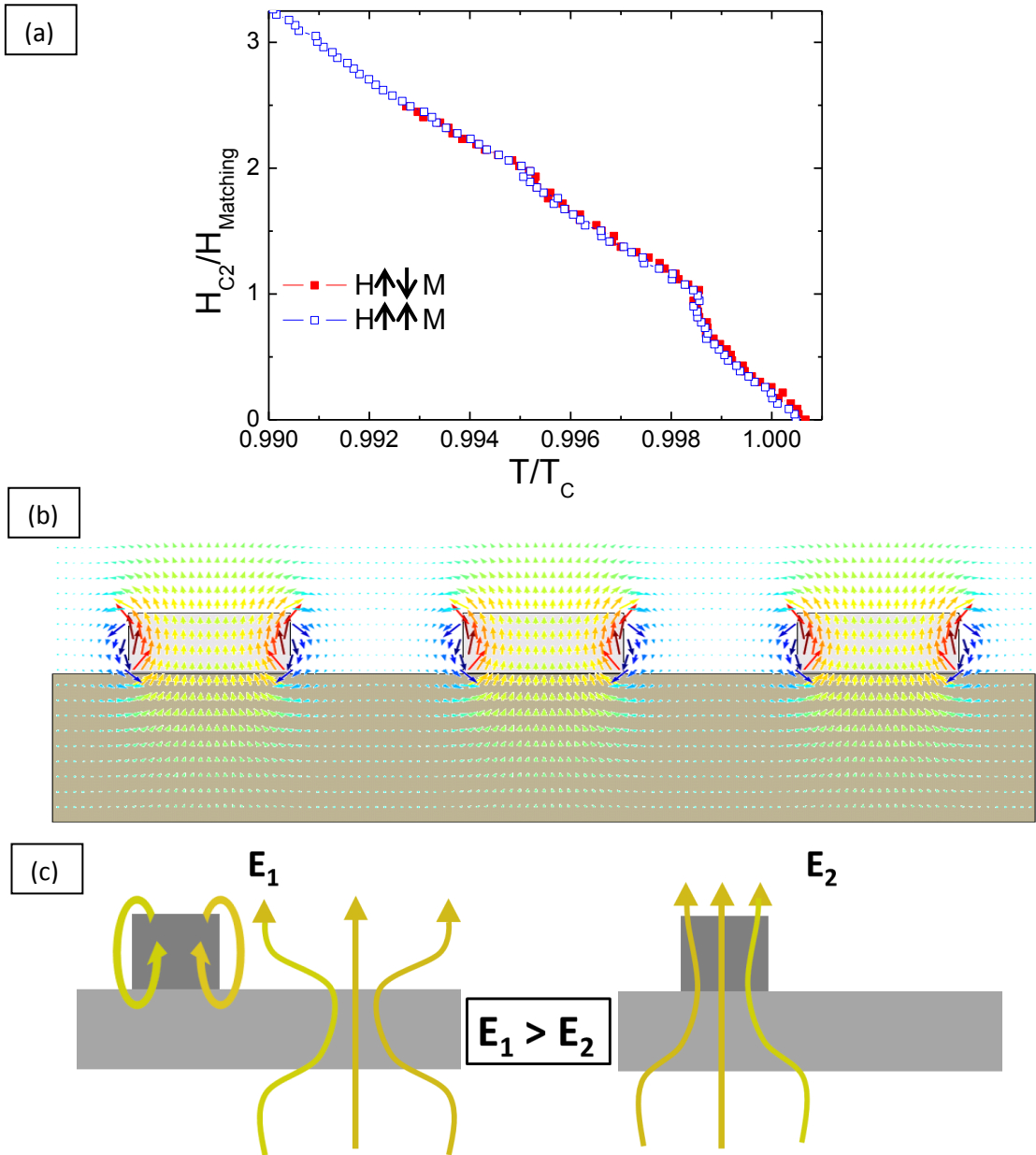


Figura 4.8. (a) $H_{C2}/H_{\text{Matching}}$ vs T/T_c en la muestra de dots de Co/Pd para el campo magnético apuntando en la misma y en contraria dirección que la imanación de los dots. (b) Corte transversal del campo de fugas generado por la red de dots de Co/Pd. (c) Representación esquemática del *pinning* generado por la interacción de los campos de fugas del vórtice y el dot. La energía magnética E del conjunto vórtice-dot se minimiza si el vórtice se coloca bajo el dot.

Los triángulos de Co/Pd estudiados en el capítulo 6 tienen un área 5 veces mayor que los dots mostrados aquí y la película superconductora ha sido crecida sobre ellos. Como se verá, el efecto sobre $H_{C2}(T)$ es muchísimo mayor.

Esta simetría en $H_{C2}(T)$ contrasta con la clara asimetría en las curvas de magnetorresistencia. Como fue propuesto por Pearl [26], en una película delgada el campo de fuga generado por un vórtice superconductor en el exterior de la lámina [27] ha de ser tomado en consideración (Figura 4.8c). Si el superconductor es de espesor suficientemente pequeño, las energías magnéticas asociadas a estos campos de fugas externos se vuelven comparables a la propia energía de línea de un vórtice. Así, mediante su campo de fuga, los vórtices pueden interactuar con el campo de fuga del dot, aun cuando éste no penetre lo suficiente en la película. La energía será mínima cuando se sitúe bajo el dot, pues se ahorra gran cantidad de energía magnética. Este mecanismo está esquematizado en la figura 4.8c y explica la asimetría observada en las curvas de magnetorresistencia.

Siguiendo los mismos argumentos que explican el efecto Little-Parks, podría pensarse que esta diferencia en energía magnética también debería dar lugar a una asimetría en $H_{C2}(T)$. Cuando el campo se aplica en la dirección de la imanación se produce una cancelación del campo de fuga en las zonas intersticiales, por lo que el paso de estado normal a superconductor implica una mayor reducción de la energía libre respecto a cuando se aplica en la dirección opuesta. Por tanto la T_C debería ser distinta en ambas situaciones, y $H_{C2}(T)$, asimétrica.

Sin embargo, el ahorro en energía magnética será menor cuanto menor sea el campo de fuga generado por un vórtice. Éste tiende a cero al aproximarse a $H_{C2}(T)$, por lo que en la transición, cuando el campo penetra homogéneamente toda la película, ambas situaciones son idénticas desde el punto de vista energético, y no hay diferencia en T_C .

Así pues, en el sistema estudiado el campo de fuga no es lo suficientemente intenso en el interior de la película como para inducir un régimen SWN, ni causar asimetría en la transición. El efecto de proximidad resulta el más efectivo para ello. Sin embargo, al igual que en la muestra de dots de Si, se observan oscilaciones en la resistencia causadas puramente por el anclaje de vórtices. Esto muestra una vez más que el efecto de conmensurabilidad puede observarse en todo el rango de temperaturas hasta T_C . La asimetría observada en las curvas de magnetorresistencia contrasta con el comportamiento simétrico de $H_{C2}(T)$,

mostrando que las variaciones de T_C no determinan siempre las propiedades de transporte de la muestra, como sugieren Patel *et al.* [20].

4.3 Longitud de penetración y potenciales mesoscópicos: anclaje de vórtices intersticiales

En la sección anterior se han estudiado muy cerca de T_C tres mecanismos de *pinning*: proximidad (dots Ni), corrugación (dots Si) y campo de fugas (dots Co/Pd). Estos tres mecanismos no compiten entre sí sino que sus efectos se pueden sumar. El anclaje generado por un dot de Cu será mayor que el de un dot de Si pues induce la misma corrugación y además presenta efecto de proximidad. Por el mismo motivo, si el Cu fuese magnético, su energía de *pinning* sería aún mayor, pues a los mecanismos mencionados se sumaría el efecto del campo de fuga. La mayoría de estudios realizados han encontrado que la fuerza de *pinning* generada por dots magnéticos es mayor que la ejercida por no magnéticos [13]-[14].

Estos argumentos se centran en los vórtices atrapados sobre los dots. Sin embargo, dentro de un dot de diámetro D cabe un número limitado de vórtices, que viene dado por el factor de llenado [28]:

$$f = \frac{D}{4 \cdot \xi(T)} \quad (4.11)$$

donde $\xi(T)$ es la longitud de coherencia. En el rango de temperaturas en el que se trabaja (por encima de $0.9 T_C$), y para $D=200$ nm, el factor de llenado es de un vórtice por dot. Eso implica que para $H > H_1$ los nuevos vórtices comenzarán a colocarse en zonas intersticiales.

Estos vórtices no están sometidos a las fuerzas de *pinning* generadas por los dots, y únicamente el *pinning* intrínseco y las tensiones elásticas causadas por la repulsión entre vórtices evitan que sean libres de moverse. Este efecto, que se detallará extensamente en el próximo capítulo, se denomina *pinning* colectivo [29]: las tensiones elásticas mantienen el conjunto de la red de vórtices anclada, aun cuando sólo algunos de los vórtices se encuentren realmente atrapados.

En este capítulo se analiza el efecto del magnetismo de los dots en este efecto de *pinning* colectivo: se estudia como el campo de fuga puede variar la intensidad y el alcance de la interacción repulsiva entre vórtices, modificando la longitud efectiva

de penetración. Según la situación, esto puede llevar a un mejor o peor anclaje de los vórtices intersticiales.

4.3.1 Descripción de las muestras

Para ello se han fabricado dos muestras de similar geometría: una red rectangular (400 nm x 600 nm) de dots de 100 nm de radio y 40 nm de altura, encima de los cuales se ha crecido una película de Nb de 100 nm de espesor (Figura 4.9). En un caso los dots son de Py (magnético), y en el otro de Cu (no magnético).

Para facilitar la interpretación de los resultados, se han elegido el material y tamaño del dot necesarios para conseguir en la dirección perpendicular un ciclo de histéresis lo más reversible posible en torno a $H=0$. Si el ciclo fuese irreversible en torno al origen, aparecerían efectos de memoria y la transición superconductora podría desplazarse (como se verá en el capítulo 6) [25], dificultando la comparación directa entre los resultados de ambas muestras.

Debido a las dimensiones de los dots fabricados, la anisotropía de forma tiende a mantener la imanación en el plano, convirtiendo a la dirección perpendicular en eje difícil, haciendo el ciclo en esta dirección lineal y reversible en torno al origen. Es sabido que en este tipo de geometría y para materiales con baja anisotropía, la suma de energía de magnetostática y de canje puede minimizarse haciendo variar gradualmente la imanación alrededor del dot, de tal manera que esta tiende a adoptar una distribución en espiral conocida como vórtice magnético [30]. En el centro del vórtice, en la zona denominada núcleo (*core*) la imanación es forzada a salir fuera del plano. La presencia de este núcleo genera irreversibilidad en torno a $H=0$, al crear una pequeña imanación de remanencia.

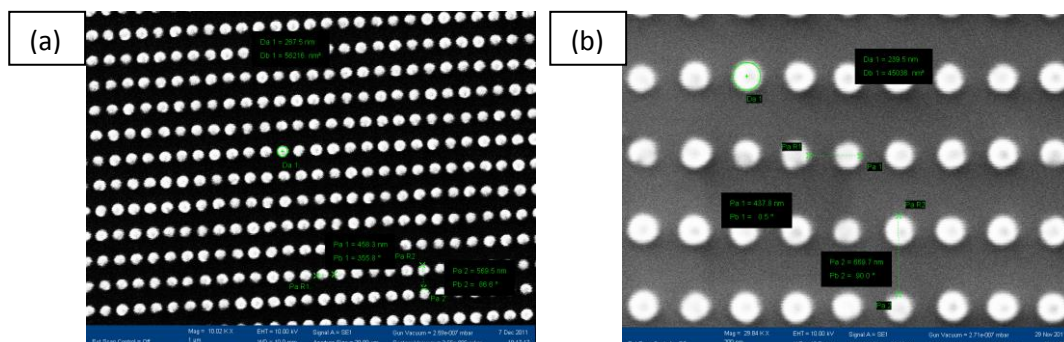


Figura 4.9. Imágenes SEM de las redes dots de Py (a) y Cu (b)

La consecuencia de esta irreversibilidad no es despreciable, y puede causar asimetría en las curvas R vs H . Este efecto será más fuerte cuanto mayor sea el tamaño del núcleo, parámetro que viene fundamentalmente determinado por la anisotropía del material. En el caso de dots de Co, el campo de fugas generado por el núcleo puede tener un gran impacto en las propiedades de transporte y generar gran asimetría [31]. Debido a la baja anisotropía del Py [32], el núcleo del vórtice es mucho menor y los efectos de irreversibilidad despreciables. Por esto, y por su relativamente alta imanación de saturación se ha elegido el Py para este estudio.

La figura 4.10a muestra el ciclo de histéresis en la dirección perpendicular obtenido mediante simulaciones micromagnéticas, usando OOMMF [33]. Se ha discretizado el volumen en celdas de $5 \times 5 \times 5 \text{ nm}^3$ y usado una imanación de saturación de $8.6 \cdot 10^5 \text{ A/m}$. Como se podía esperar, en remanencia la imanación es de tipo vórtice (figura 4.10b). Se observa que el ciclo de histéresis es reversible y lineal en torno a $H=0$, abriéndose justo antes de la saturación, a campos mucho mayores que los usados para caracterizar las medidas de transporte del superconductor.

Esta irreversibilidad en la parte alta del ciclo se debe a la inversión del núcleo: a la ida la imanación del núcleo apunta en la dirección opuesta al campo, una vez volteado regresa apuntando en la misma dirección. La figura 4.10c muestra el proceso, representando la distribución de m_z en cada punto marcado sobre el ciclo de histéresis.

4.3.2 *Pinning* de vórtices individuales

En 4.10c se observa como al aplicar campo externo, la componente perpendicular de la imanación del dot comienza a aumentar, generando un campo de fuga que sale del dot. La figura 4.11 muestra ϕ_{dot} vs H , siendo ϕ_{dot} el flujo magnético a través del dot generado por el campo de fugas. Se observa como a medida que el campo aplicado aumenta y la muestra se imana más fuera del plano, dicho flujo se vuelve comparable ϕ_o . Esto implica que un vórtice que se sitúe sobre el dot deberá generar menos supercorrientes para confinar el campo magnético, pues gran parte del trabajo está realizado por el campo de fugas del dot, de tal manera que el vórtice quedará anclado con mayor fuerza que si solo actuase el efecto de proximidad.

La figura 4.12a muestra las curvas V - I en las dos muestras para el primer campo de matching, cuando todos los vórtices se encuentran anclados. Puesto que hay un vórtice por dot, para ese campo la corriente crítica es directamente proporcional a la fuerza de *pinning*. Se observa como la fuerza de pinning es unas 5 veces mayor en el caso de los dots de Py que en el de los de Cu, confirmando que el carácter

magnético de los dots mejora sus propiedades como centro de anclaje. La figura 4.12b muestra la corriente crítica (directamente proporcional a la fuerza de *pinning*) para $n=1$ en función de la temperatura. Los dots de Py muestran mejores propiedades de *pinning* en todo el rango de temperaturas que se ha medido.

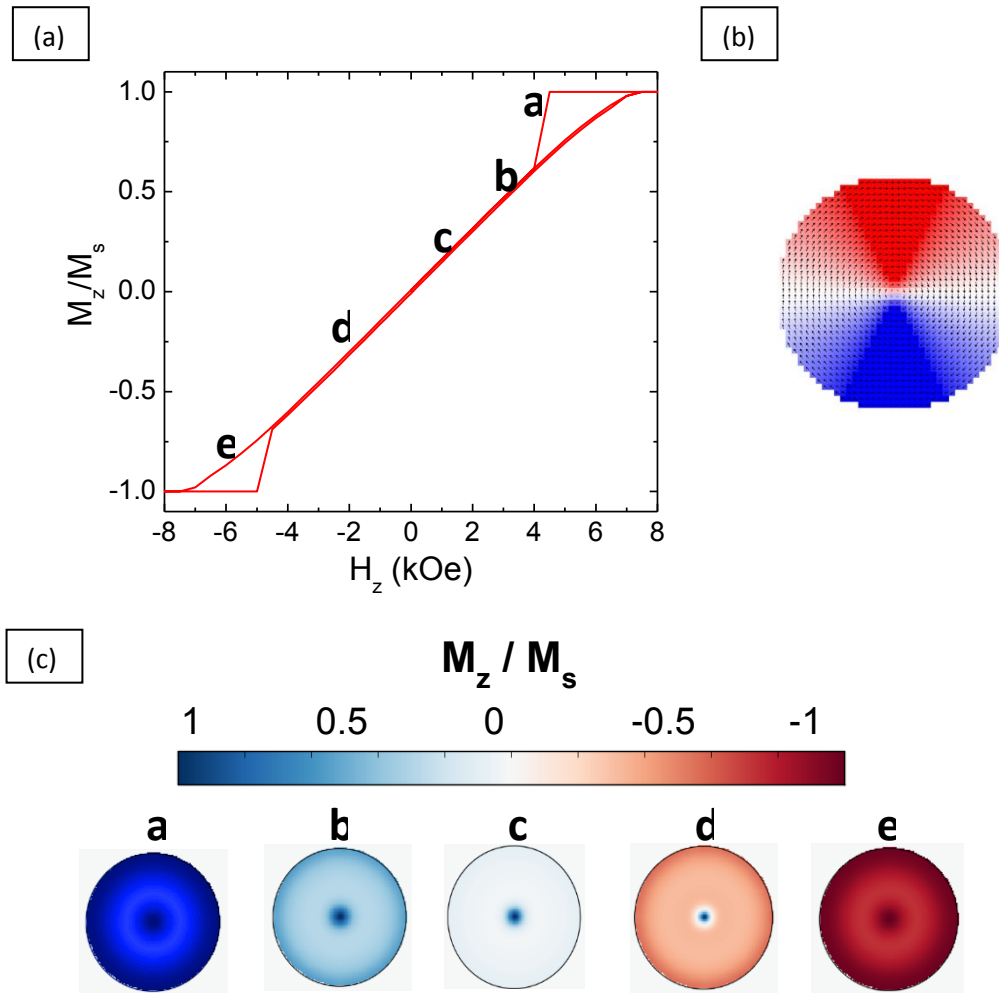


Figura 4.10. (a) Ciclo de histéresis fuera del plano para el dot de Py. (b) Distribución de la imanación en el estado vórtice. Las flechas indican la dirección y la escala rojo-azul representa M_x/M_z . (c) Distribución de M_z en el dot en distintos puntos del ciclo de histéresis marcados en la 4.10a.

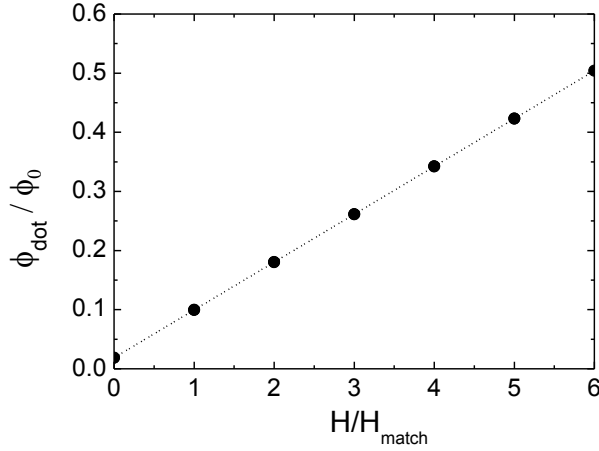


Figura 4.11. Flujo a través del dot generado por el campo de fuga en función de $H/H_{Matching}$. ($H_{Matching}=127$ Oe)

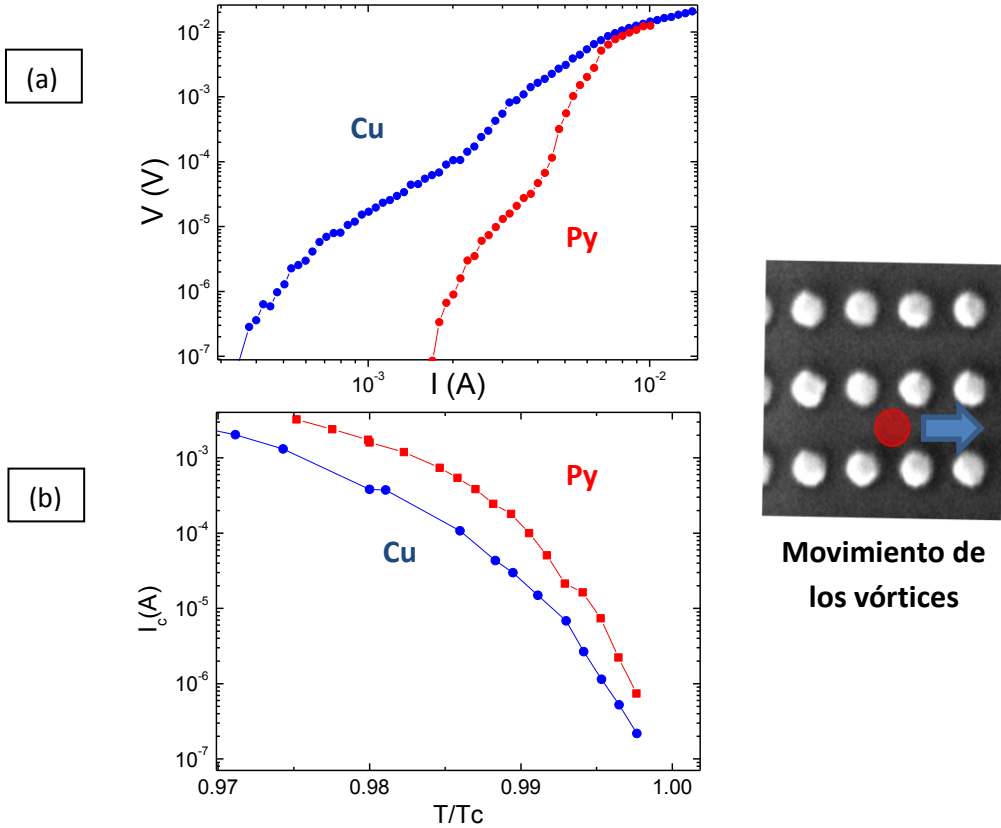


Figura 4.12. (a) V vs I para el primer campo de matching y $T=0.98 T_c$ para la muestra con dots de Cu (azul) y Py (rojo). (b) Corriente crítica I_c frente a la temperatura usando un criterio de $2 \cdot 10^{-7}$ V para los dots de Cu (azul) y Py (rojo). En ambos casos los vórtices se empujan a lo largo del lado corto del rectángulo.

4.3.3 Pinning de vórtices intersticiales

La figura 4.13 muestra R vs H para ambas muestras y varias temperaturas distintas, empujando los vórtices a lo largo del lado corto de la red. En 4.13a se puede observar como la resistencia de la muestra con dots de Py siempre está por debajo, indicando un anclaje más efectivo. Sin embargo, a partir del tercer campo de *matching* se produce un cruce y es la muestra de dots de Cu la que presenta una menor resistencia.

Este cambio se hace más evidente a medida que se baja la temperatura y aumenta el campo aplicado, hasta que la diferencia es de órdenes de magnitud. Los dots de Py resultan mucho más ineficientes a la hora de anclar vórtices intersticiales. Más concretamente, la repulsión entre vórtices atrapados e intersticiales, que mantenía toda la red en conjunto anclada es menor en la muestra de dots de Py.

La figura 4.14 muestra la corriente crítica en función del campo magnético a $0.985 T_C$, cuando los vórtices son empujados en el lado corto y de nuevo el cruce vuelve a ser visible. Además, en el caso de la muestra de dots de Cu la corriente crítica aumenta al aumentar el campo, efecto asociado al fenómeno de aglomeración de vórtices (*vortex jamming*) [34]-[35]. Este fenómeno ocurre cuando un gran flujo de vórtices es empujado a través de un canal con, por ejemplo, estrechamientos. La interacción entre vórtices hace que los vórtices atrapados puedan ralentizar el flujo de todo el conjunto, y paradójicamente la corriente crítica aumenta al aumentar el campo. Este efecto se observa claramente en la muestra de dots de Cu, indicando una fuerte interacción entre vórtices atrapados e intersticiales; pero está ausente en la muestra de dots de Py.

Una posible razón de los resultados observados pudiera ser que el campo de fuga que generan los dots de Py al imanarse estuviera deprimiendo la superconductividad en la película, aumentando su resistencia y reduciendo su corriente crítica. La figura 4.15 muestra $H_{C2}(T)$ en ambas muestras: el comportamiento es similar, por lo que el cruce en resistencia ha de ser debido puramente a efectos de *pinning*.

El campo creado por un vórtice superconductor a una distancia r viene dado por:

$$B(r) = \frac{\phi_0}{2\pi\lambda^2} K_0\left(\frac{r}{\lambda}\right) \quad (4.12)$$

donde K_0 es la función de Hankel de orden 0 y λ la longitud de penetración [18]. Por otro lado, la fuerza de repulsión cuando un segundo vórtice se acerca a una distancia r de éste es:

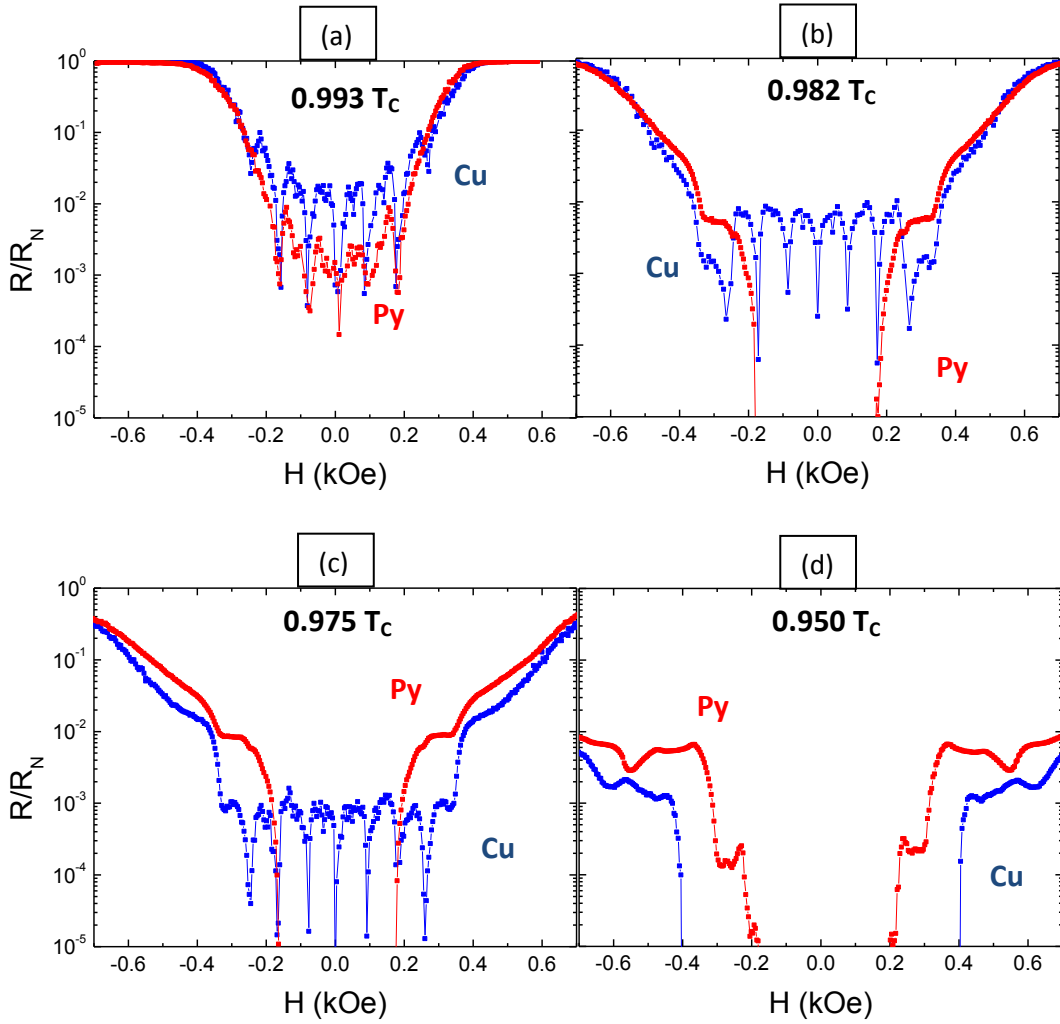


Figura 4.13. R vs H moviéndose los vórtices a lo largo del lado corto en las muestras con dots de Cu (azul) y Py (rojo) para: (a) $0.993 T_c$ y $20 \mu A$, (b) $0.982 T_c$ y $0.75 mA$, (c) $0.975 T_c$ y $2.5 mA$ y (d) $0.95 T_c$ y $2.5 mA$.

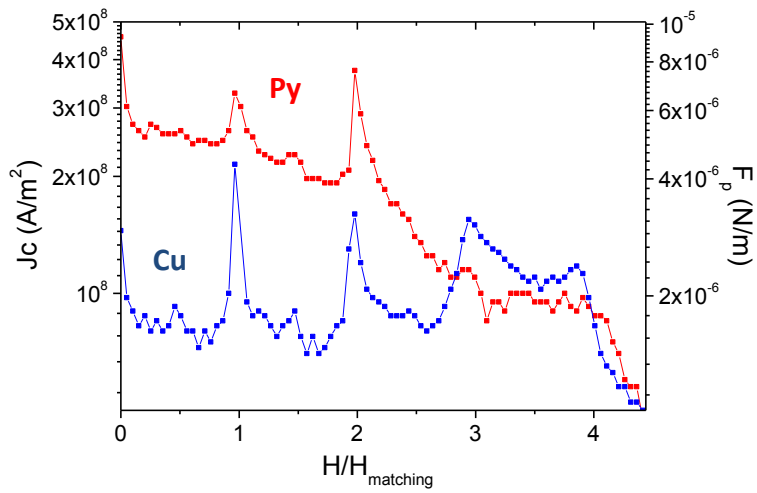


Figura 4.14. J_c vs H empujando los vórtices a lo largo del lado corto en las muestras con dots de Cu (azul) y Py (rojo) para $0.985 T_c$

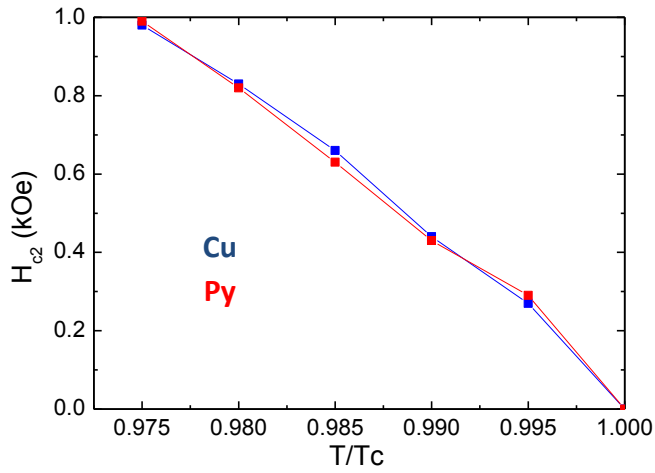


Figura 4.15. H_{c2} vs T para las muestras de dots de Cu (azul) y Py (rojo). Medido con una corriente de $10 \mu A$

$$F = \frac{\phi_0}{4\pi} B_1(r) = \frac{\phi_0^2}{8\pi^2 \lambda^2} K_0\left(\frac{r}{\lambda}\right) \quad (4.13)$$

Así pues, el alcance de la interacción será del orden de λ . Si la separación entre vórtices es mayor que este rango, la red se volverá blanda y el mecanismo de pinning colectivo no funcionará. Es posible hacer una estimación de λ en este sistema. En el límite sucio, vendrá dada por [18]:

$$\lambda(T) = 0.715 \cdot \xi(T) \cdot \frac{\lambda_L(0)}{l} \quad (4.14)$$

Donde $\lambda_L(0)$ es la longitud de penetración de London y l el recorrido libre medio. Éste a su vez puede estimarse a partir de la longitud de coherencia de Ginzburg-Landau a $T=0$:

$$l = 1.37 \frac{\xi(0)^2}{\xi_0} \quad (4.15)$$

Usando $\xi_0 = 38 \text{ nm}$ [36] y obteniendo $\xi(0) = 9.8 \text{ nm}$ a partir del ajuste lineal de $H_{C2}(T)$, se obtiene que $l = 3.5 \text{ nm}$. Tomando además $\lambda_L(0) = 24 \text{ nm}$ [37] se obtiene que $\lambda(0) = 48 \text{ nm}$. Teniendo en cuenta que:

$$\lambda(T) = \frac{\lambda(0)}{\sqrt{1 - \frac{T}{T_C}}} \quad (4.16)$$

para $0.95 T_C$ (valor más bajo de temperatura presentado en la figura 4.13) se tiene que $\lambda = 220 \text{ nm}$. Teniendo en cuenta que la red de dots tiene lados de 400 y 600 nm, los vórtices intersticiales siempre se encuentran dentro del rango de interacción con los vórtices atrapados, por lo que serán anclados por ellos de forma efectiva, permitiendo incluso la observación de efectos de conmensurabilidad más allá del primer mínimo de resistencia.

Para entender mejor por qué este mecanismo funciona peor en el caso de dots de Py, se ha de considerar el efecto de su campo de fuga. Éste apunta en la misma dirección que la imanación dentro del dot, mientras que en el exterior lo hace en la dirección opuesta. Al situarse un vórtice sobre el dot (de radio R_{dot}), el campo de fuga tenderá a contrarrestar el campo generado por el vórtice para $r > R_{dot}$, pues apunta en la dirección opuesta; mientras que lo reforzará para $r < R_{dot}$. El resultado final es que el campo generado por el vórtice, normalmente extendido hasta una distancia λ , ha sido concentrado debido a su interacción con el campo de fuga del dot. Esta interacción se ha representado esquemáticamente en la figura 4.16a.

Para mantener la cuantización del flujo el vórtice reduce su tamaño, lo que supone una reducción efectiva de la longitud de penetración. Éste efecto ha sido observado en simulaciones de la ecuación de Ginzburg-Landau en sistemas superconductores con nanoestructuras imanadas fuera del plano (figura 4.16b) [38]. También se ha propuesto una menor longitud de penetración efectiva en los nuevos superconductores ferromagnéticos, para tener en cuenta la susceptibilidad del material manteniendo la condición de cuantización del flujo [38].

Incluso para valores del campo aplicado tan bajos como el primer campo de *matching* (86 Oe), la imanación del dot de Py genera un campo de fuga en su exterior con valores superiores a -100 Oe, es decir, mayores que el propio campo aplicado. Esto implica que la reducción de la longitud de penetración efectiva será grande, pudiendo estar el vórtice totalmente confinado en el interior del dot.

Se ha realizado un cálculo cualitativo para entender los resultados obtenidos. La figura 4.16c muestra en negro el potencial de interacción entre dos vórtices separados una distancia r , usando la ecuación 4.12 para $\lambda = 340 \text{ nm}$ (correspondiente a $0.98 T_C$). Por otro lado, en rojo muestra el mismo potencial de interacción sustituyendo la longitud de penetración por una longitud efectiva $\lambda' = R_{dot} = 100 \text{ nm}$. Este segundo caso es el que cabría esperar para la interacción entre un vórtice intersticial y otro sobre un dot magnético que confine su campo.

Como cabía esperar, el magnetismo del dot modifica el potencial de interacción, haciéndolo más intenso para distancias cortas pero de menor alcance. En el caso de que los dots estén muy juntos, los vórtices intersticiales se verán obligados a pasar cerca de los vórtices atrapados, por lo que el magnetismo del dot tenderá a mejorar el anclaje de intersticiales. En caso de una separación excesiva, el magnetismo del dot acortará el rango de interacción, disminuyendo el anclaje de los intersticiales.

El diseño rectangular de las muestras estudiadas da la posibilidad de estudiar dos separaciones de dots diferentes (Figura 4.16d): al empujar los vórtices en la dirección del lado corto, los intersticiales fluyen por un canal de 600 nm de anchura entre los vórtices atrapados. Al empujarlos en la otra dirección, la anchura del canal se reduce a 400 nm y los intersticiales son obligados a acercarse más a los vórtices atrapados.

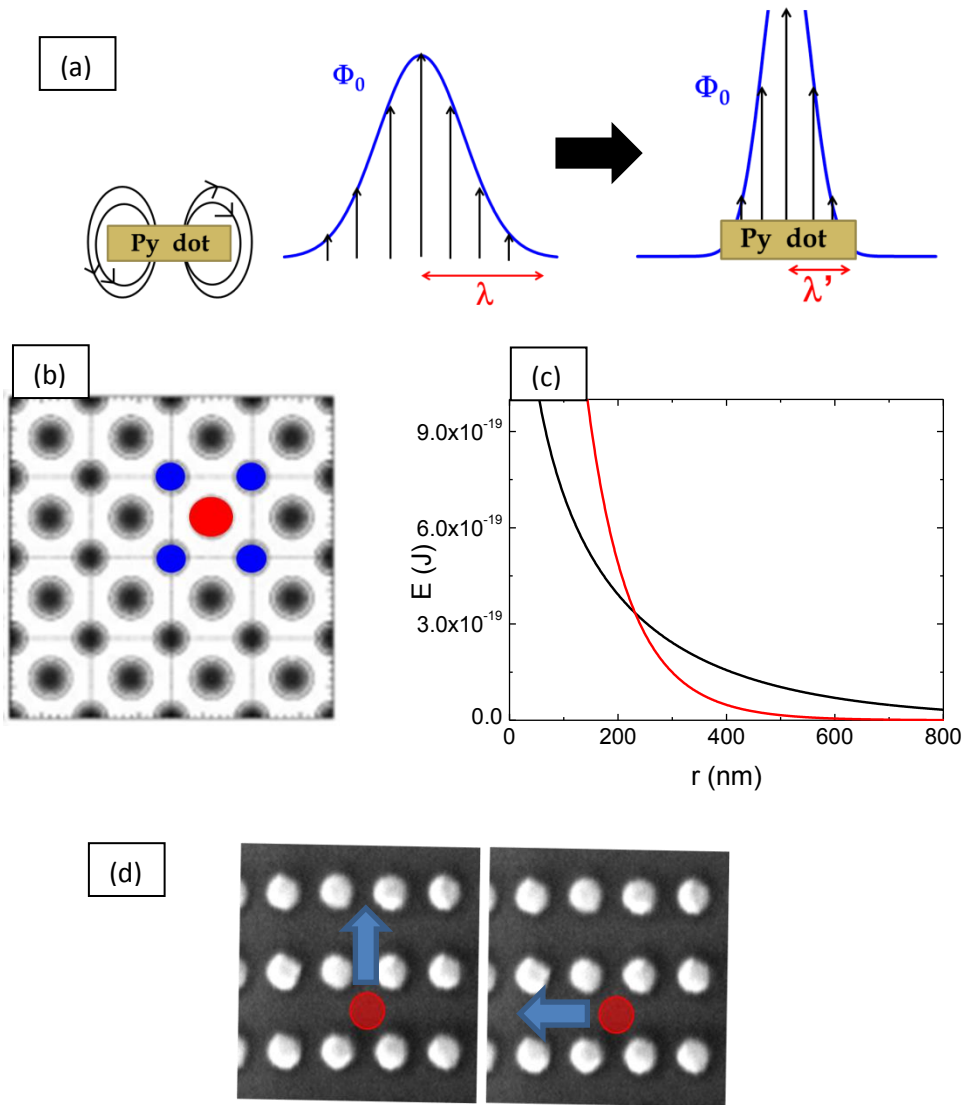


Figura 4.16. (a) Representación esquemática de la interacción entre el campo de un vórtice y el campo de fuga generado por en dot. Ambos apuntan en direcciones opuestas fuera del dot, y en la misma dentro, confinando el campo (b) Intensidad del campo magnético obtenido mediante simulaciones de G-L en un sistema superconductor con dots imanados fuera del plano (Milosevic *et al* [38]). Los círculos azules indican las posiciones de los dots atrapados, y el rojo la de los intersticiales. (c) Interacción entre un vórtice atrapado y uno intersticial para $\lambda=340$ nm (negro) y $\lambda'=100$ nm (rojo). (d) Movimiento de un vórtice intersticial al ser empujado en las dos direcciones de la red rectangular.

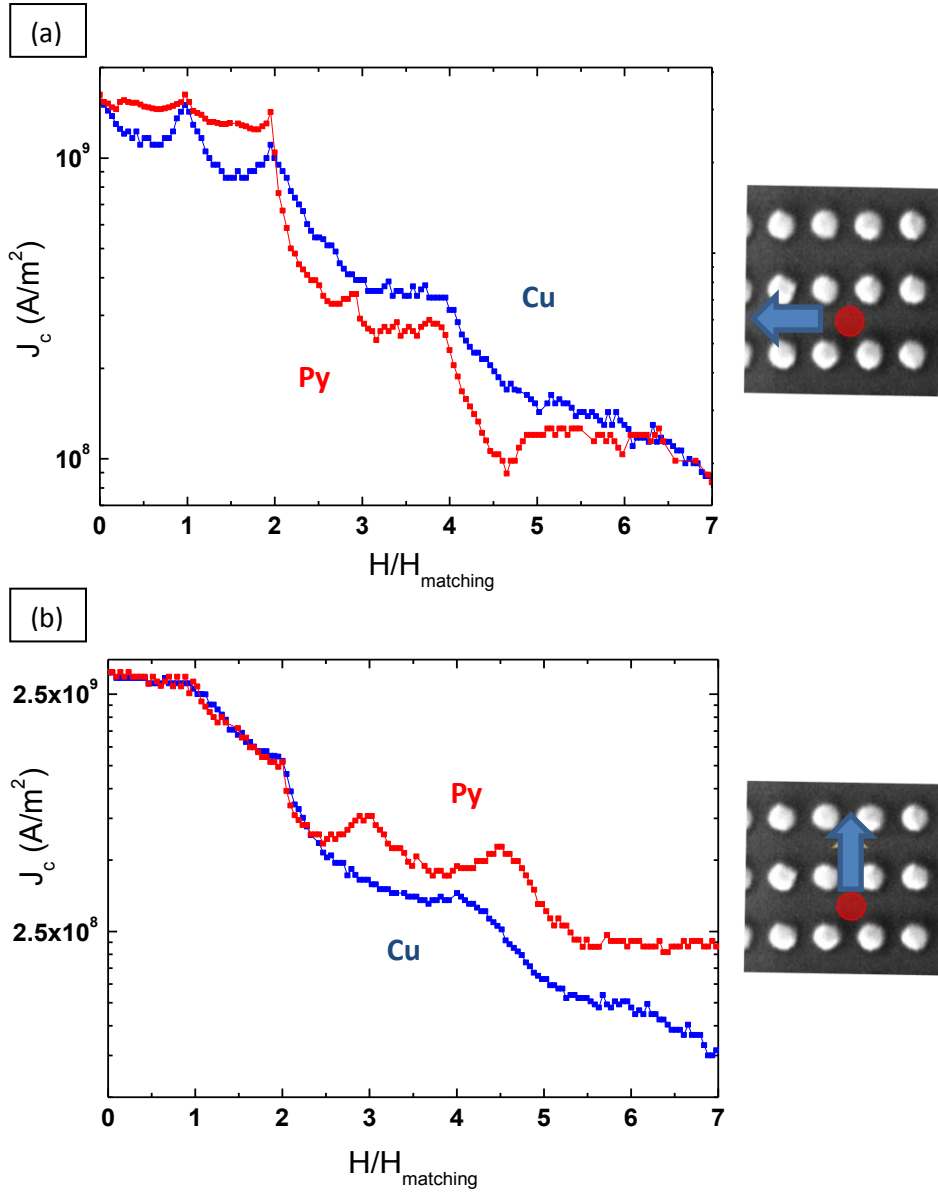


Figura 4.17. J_c vs H/H_{Matching} para las muestras de dots de Cu (azul) y Py (rojo) cuando los vórtices son empujados a lo largo del lado (a) corto y (b) largo

La figura 4.17 muestra la corriente crítica en función del campo aplicado para $0.97 T_C$ con los vórtices empujados en las dos direcciones. Al empujarlos a lo largo de la dirección corta (Figura 4.17a), se observa de nuevo un cruce, el magnetismo del Py reduce la capacidad de anclar los intersticiales a lo largo de esa dirección. Sin embargo, al empujarlos a lo largo del lado largo (Figura 4.17b), la muestra de dots de Py muestra mayor corriente crítica en todo el rango de campo. No sólo eso, sino que la diferencia entre ambas aumenta a campos altos.

Así pues, el carácter magnético de los dots no siempre es ventajoso para mejorar las propiedades de pinning. El efecto del campo de fugas tiende a concentrar el campo creado por los vórtices, reduciendo la longitud de penetración efectiva. Ello resulta en una interacción de menor alcance con los vórtices intersticiales, pero de mayor intensidad para distancias cortas. Que el carácter magnético del dot mejore o empeore el anclaje de los intersticiales depende por tanto en gran medida de la separación entre dots, mejorándolo si esa separación es del orden de la longitud de penetración y empeorándolo si es mayor.

4.4 Efectos de memoria y *pinning* variable

Hasta ahora en este capítulo se ha estudiado el efecto del campo de fugas en dos casos extremos. En el caso de los dots de Co/Pd, su anisotropía fuera del plano es muy fuerte, y su estado magnético no varía en el rango de campos usado para caracterizar las propiedades de transporte del superconductor (< 4 kOe para $T > 0.9 T_C$) [24], rango pequeño en comparación con los campos coercitivos de este tipo de dots. Por otro lado, los dots de Py muestran un ciclo lineal y reversible en ese mismo rango de campos.

Estos dos casos extremos evitan que mediante medidas de transporte sea posible determinar los efectos sobre el *pinning* de la histéresis de los dots y los estados intermedios de imanación. Para estudiarlos, se ha fabricado una red cuadrada (400 nm x 400 nm) de dots de Ni de 180 nm de diámetro y 160 nm de altura (Figura 4.18) sobre los que se han crecido 100 nm de Nb ($T_C = 8.38$ K). La anisotropía de forma ya no mantendrá la imanación en el plano, permitiendo que el ciclo en la dirección perpendicular muestre efectos de irreversibilidad.

La figura 4.19 muestra R vs H a $0.99 T_C$ tras saturar los dots en ambas direcciones. La separación entre mínimos es de 127 Oe, como es de esperar para esta geometría. A diferencia de lo que ocurría con los dots de Co/Pd, en esta ocasión hay una asimetría en H_{C2} . Al estar situados en el interior de la película, las líneas de campo salientes del dot están principalmente contenidas dentro de él, afectándole en mayor medida. Por otro lado, la mínima resistencia de la película

sigue dándose para $H=0$, con lo que $T_c(H)$ es máxima para $H=0$. Esto implica que si bien el campo de fugas es capaz de generar asimetría en la transición no tiene suficiente intensidad para generar pares vórtice-antivórtice (este efecto se observará con gran intensidad en el capítulo 6).

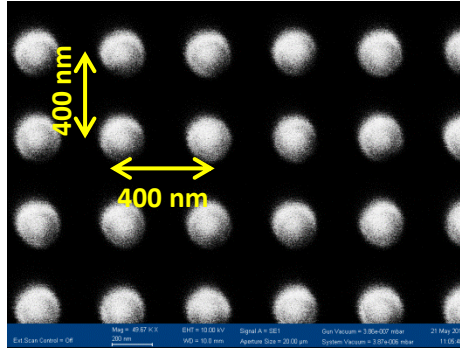


Figura 4.18. Imagen SEM de la red de dots.

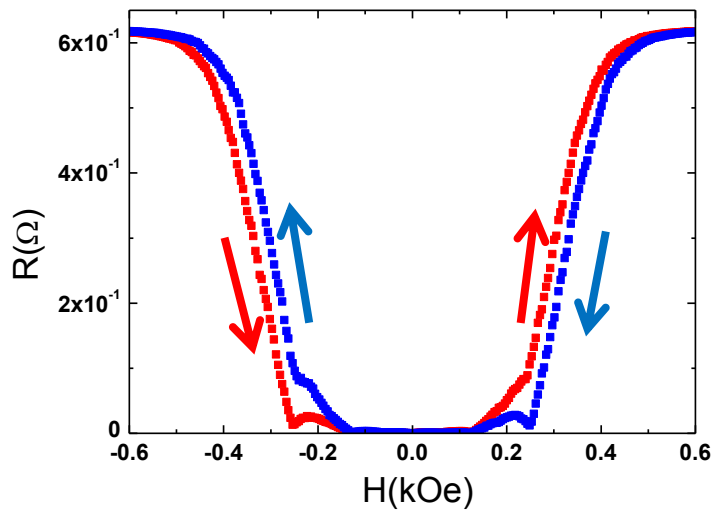


Figura 4.19. R vs H en la muestra para $I=2.5$ mA y $T=0.99T_c$, tras saturar los dots hacia arriba (azul) y abajo (rojo). Las flechas indican cómo varía el campo.

La figura 4.20a muestra R vs H en torno al primer campo de *matching* (127 Oe) para la muestra saturada en ambas direcciones, y tras ser desimanada. Se observa que en todos los casos aparece efecto de conmensurabilidad, indicando que el efecto de proximidad juega un papel importante, permitiendo observar mínimos en resistencia también en el caso desimanado.

En el caso de los dots saturados, si el campo se aplica en la misma dirección que la imanación del dot, el campo de fuga generado por éste favorece el anclaje de vórtices, sumándose este efecto al de proximidad, y resultando en un mejor *pinning* y una resistencia menor que en el estado desimanado. Al cambiar la dirección del campo, los vórtices invierten su dirección, y colocarse sobre los dots ya no supone un ahorro de energía, sino todo lo contrario [38]. La competición de este efecto con el de proximidad reduce la capacidad de anclaje de los dots, resultando en una mayor resistencia que el caso desimanado. Este efecto se observa claramente en la figura 4.20a: con la muestra saturada en positivo, la resistencia es menor que en el caso desimanado para campos positivos, aumentando la disipación por encima del caso desimanado para campos negativos. Este comportamiento es simétrico al invertir la imanación.

La figura 4.20b muestra R vs H en torno al segundo campo de *matching*. Las distintas curvas corresponden a los distintos ciclos menores seguidos en el proceso de desimanación de los dots. En rojo las curvas realizadas aumentando el campo y por tanto, con la imanación en la dirección negativa. En azul las realizadas disminuyéndolo, por lo que campo e imanación están alineados. Se observa como la irreversibilidad del ciclo de histéresis se transmite a las propiedades de transporte. La intensidad del *pinning* ejercido por el dot puede variarse de manera continua mediante la historia magnética de la muestra, permitiendo “programar” la resistencia del sistema de antemano.

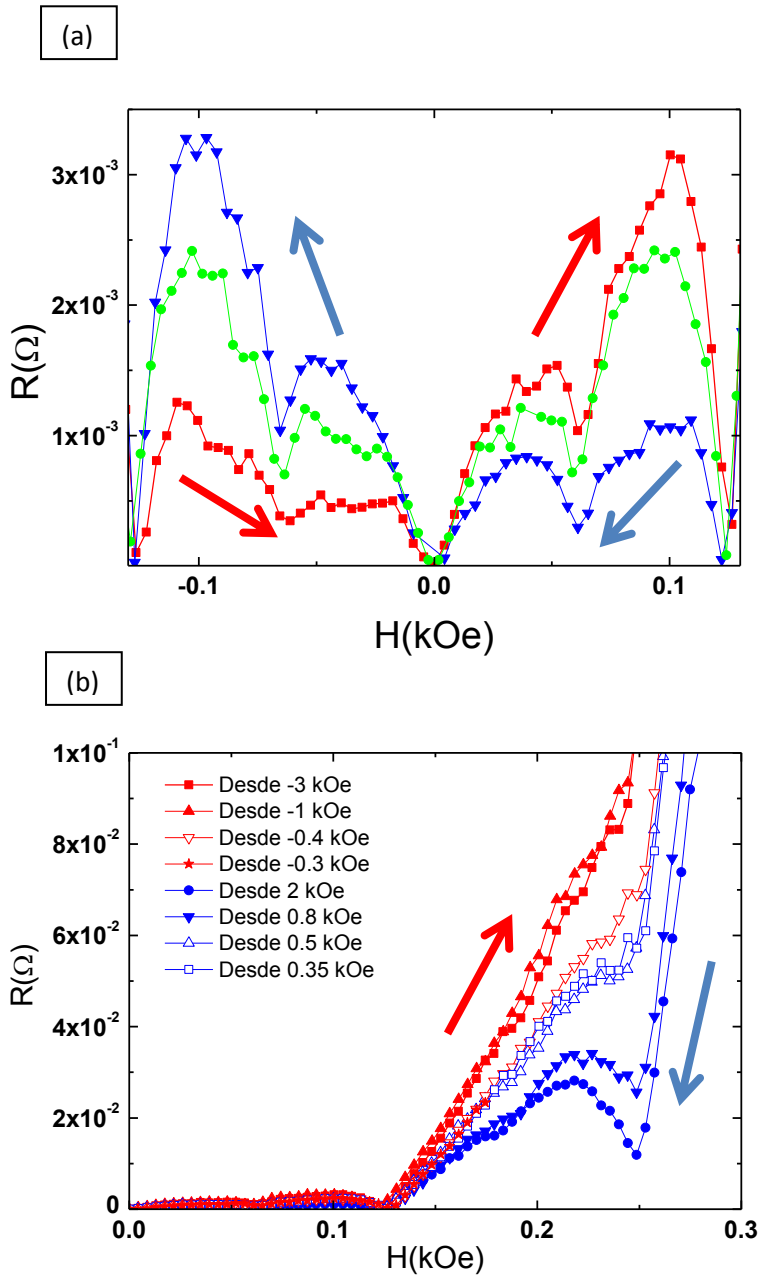


Figura 4.20. R vs H en la muestra para $I=2.5$ mA y $T=0.99T_c$ en torno a: (a) el primer campo de matching (127 Oe) tras saturar los dots hacia arriba (azul), abajo (rojo) y desimanados (verde) y (b) el segundo campo de matching, realizando ciclos menores midiendo en subida (rojo) y en bajada (azul), tras partir de los campos indicados en el gráfico.

4.5 Conclusiones

En este capítulo se han estudiado distintos mecanismos de *pinning* y su relación con las longitudes características del superconductor.

- En una primera sección se estudió qué ocurre en películas superconductoras con pinning periódico cuando la longitud coherente se vuelve del orden de la separación entre centros de anclaje, y se analizó la influencia del mecanismo de anclaje en los efectos observados.
 - En sistemas con dots de Ni se observa un régimen de SWN con oscilaciones de Little-Parks muy cerca de T_C : los dots de Ni generan un “agujero” en la superconductividad de la película
 - Este efecto no se observa con dots aislantes de Si, por lo que la corrugación no es suficiente para inducir éste régimen SWN (“Superconducting wire network”). No obstante se observa efecto de conmensurabilidad, confirmando que las oscilaciones de resistencia pueden deberse a *pinning* de vórtices en todo el rango de temperaturas hasta T_C .
 - En la película con dots de Co/Pd tampoco es observado un SWN. El campo de fugas no penetra lo suficiente en la película como para deprimir la T_C ni causar asimetría en $H_{C2}(T)$. Sin embargo se observan efectos de conmensurabilidad con asimetría, confirmando el *pinning* como origen de las oscilaciones de resistencia a cualquier temperatura.
- En una segunda sección se estudió el efecto del magnetismo del dot sobre su capacidad de anclar, comparando un array de dots de Cu y otro de Py.
 - Los dots de Py muestran una mayor capacidad de anclar vórtices individuales. Sin embargo, los vórtices intersticiales tienen una mayor movilidad, aumentando su disipación a campos altos
 - El campo de fuga de los dots al imanarse confina el campo de los vórtices, reduciendo de manera efectiva su longitud de penetración, con lo que la interacción con los intersticiales se vuelve más intensa pero de menor alcance.
 - Dependiendo de las dimensiones de la red, esto puede suponer un mejor o peor anclaje de los intersticiales
- En la tercera sección se estudió la influencia sobre el *pinning* de los efectos de irreversibilidad en el magnetismo de los dots.
 - La histéresis magnética se transmite a las propiedades de transporte, que se vuelven irreversibles.

- Este efecto de memoria permite controlar la resistencia de la muestra mediante su historia magnética.

Referencias:

- [1] M. Baert, V.V. Metlushko, R. Jonckheere, V.V. Moshchalkov and Y. Bruynseraede, "Composite flux-line lattices stabilized in superconducting films by a regular array of artificial defects", *Phys. Rev. Lett.*, **74**, 3269 (1995).
- [2] K. Harada, O. Kamimura, H. Kasai, T. Matsuda, A. Tonomura, V.V. Moshchalkov, "Direct observation of vortex dynamics in superconducting films with regular arrays of defects", *Science*, **274**, 1167 (1996).
- [3] J.I. Martín, M. Vélez, J. Nogués and I.K. Schuller, "Flux pinning in a superconductor by an array of submicrometer magnetic dots", *Phys. Rev. Lett.*, **79**, 1929 (1997).
- [4] J.I. Martín, M. Vélez, A. Hoffmann, I.K. Schuller and J.L. Vicent, "Artificially induced reconfiguration of the vortex lattice by arrays of magnetic dots", *Phys. Rev. Lett.*, **83**, 1022 (1999).
- [5] J.E. Villegas, M.I. Montero, C.P. Li and I.K. Schuller, "Correlation length of quasiperiodic vortex lattices", *Phys. Rev. Lett.*, **97**, 027002 (2006).
- [6] J. Trastoy, M. Malnou, C. Ulysse, R. Bernard, N. Bergeal, G. Faini, J. Lesueur, J. Briatico and J.E. Villegas, "Freezing and thawing of artificial ice by thermal switching of geometric frustration in magnetic flux lattices", *Nature Nanotechnology*, **9**, 710 (2014).
- [7] J.I. Martín, M. Vélez, A. Hoffmann, I.K. Schuller and J.L. Vicent, "Temperature dependence and mechanisms of vortex pinning by periodic arrays of Ni dots in Nb films", *Phys. Rev. B*, **62**, 9110 (2000).
- [8] J.E. Villegas, S. Savel'ev, F. Nori, E.M. González, J.V. Anguita, R. García and J.L. Vicent, "A superconducting reversible rectifier that controls the motion of magnetic flux quanta", *Science*, **302**, 1188 (2003).
- [9] M. Tinkham, D.W. Abraham and C.J. Lobb, "Periodic flux dependence of the resistive transition in two-dimensional superconducting arrays", *Phys. Rev. B*, **28**, 6578 (1983).
- [10] B. Pannetier, J. Chaussy, R. Rammal and J.C. Villegier, "Experimental fine tuning of frustration: two dimensional superconducting network in a magnetic field", *Phys. Rev. Lett.*, **53**, 1845 (1984).
- [11] C.C. Abilio, P. Butaud, T. Fournier, B. Pannetier, J. Vidal, S. Tedesco and B. Dalzotto, "Magnetic field induced localization in a two dimensional superconducting wire network", *Phys. Rev. Lett.*, **83**, 5102 (1999).

- [12] A. Gómez, J. del Valle, E.M. González, C.E. Chillote, S.J. Carreira, V. Bekeris, J.L. Prieto, Ivan K. Schuller and J.L. Vicent, "Vortex pinning vs superconducting wire network: origin of periodic oscillations induced by applied magnetic fields in superconducting films with arrays of nanomagnets", *Supercond. Sci. Technol.*, **27**, 06517 (2014).
- [13] A. Hoffmann, P. Prieto and I.K. Schuller, "Periodic vortex pinning with magnetic and nonmagnetic dots: the influence of size", *Phys. Rev. B*, **61**, 6958 (2000).
- [14] M. Vélez, J.I. Martin, J.E. Villegas, A. Hoffmann, E.M. González, J.L. Vicent and I.K. Schuller, "Superconducting vortex pinning with artificial magnetic nanostructures", *J. Magn. Magn. Mater.*, **320**, 2547 (2008).
- [15] R.D. Parks and W.A. Little, "Fluxoid quantization in a multiply-connected superconductor", *Phys. Rev.*, **133**, A97 (1964).
- [16] V.V. Moshchalkov, M. Baert, V.V. Metlushko, E. Rosseel, M.J. Van Bael, K. Ternst, Y. Bruynseraede and R. Jonckheere, "Pinning by an antidot lattice: the problem of the optimum antidot size", *Phys. Rev. B*, **57**, 3615 (1998).
- [17] P.F. Carcia, A.D. Meinhaldt and A. Suna, "Perpendicular magnetic anisotropy in Pd/Co thin film layered structures", *Appl. Phys. Lett.*, **47**, 178 (1985).
- [18] M. Tinkham, "Introduction to superconductivity", Dover (1996).
- [19] U. Welp, Z.L. Xiao, J.S. Jiang, V.K. Vlasko-Vlasov, S.D. Bader, G.W. Crabtree, J. Liang, H. Chik and J.M. Xu, "Superconducting transition and vortex pinning in Nb films patterned with nanoscale hole arrays", *Phys. Rev. B*, **66**, 212507 (2002).
- [20] U. Patel, Z.L. Xiao, J. Hua, T. Xu, D. Rosemann, V. Novosad, J. Pearson, U. Welp, W.K. Kwok and G.W. Crabtree, "Origin of the matching effect in a superconducting film with a hole array", *Phys. Rev. B*, **76**, 020508 (2007).
- [21] D. Bothner, C. Clauss, E. Koroknay, M. Kemmler, T. Gaber, M. Jetter, M. Scheffler, P. Michler, M. Dressel, D. Koelle and R. Kleiner, "The phase boundary of superconducting Nb thin films with antidot arrays fabricated with microsphere photolithography", *Supercond. Sci. Technol.*, **25**, 065020 (2012).
- [22] O. Daldini, P. Martinoli, J.L. Olsen and G. Berner, "Vortex line pinning by thickness modulation of superconducting films", *Phys. Rev. Lett.*, **32**, 218 (1974).
- [23] A. Campbell and J.E. Evetts, "Flux vortices and transport currents in type II superconductors", *Advances in Physics*, **21**, 199 (1972).
- [24] A. Gómez, E.M. González, D.A. Gilbert, M.V. Milosevic, Kai Liu and J.L. Vicent, "Probing the dynamic response of antivortex, interstitial and trapped

- vortex lattices on magnetic periodic pinning potentials”, *Supercond. Sci. Technol.*, **26**, 085018 (2013).
- [25] M. Lange, M. J. Van Bael, Y. Bruynseraede and V.V. Moshchalkov, “Nanoengineered magnetic-field-induced superconductivity”, *Phys. Rev. Lett.*, **90**, 197006 (2003).
 - [26] J. Pearl, “Current distribution in superconducting films carrying quantized fluxoids”, *Appl. Phys. Lett.*, **5**, 65 (1964).
 - [27] T. Matsuda, S. Hasegawa, M. Igarashi, T. Kobayashi, M. Naito, H. Kajiyama, J. Endo, N. Osakabe, A. Tonomura and R. Aoki, “Magnetic field observation of a single flux quantum by electron-holographic interferometry”, *Phys. Rev. Lett.*, **62**, 2519 (1989).
 - [28] G.S. Mkrtchyan and V.V. Shmidt, “Interaction between a cavity and a vortex in a superconductor of the second kind”, *Sov. Phys. JETP*, **34**, 195 (1972).
 - [29] A.I. Larkin, “Effect of inhomogeneities on the structure of the mixed state of superconductors”, *Zh. Eksp. Teor. Fiz.* **58**, 1466 (1970); A.I. Larkin and A. Ovchinnikov, “Pinning in type II superconductors”, *J. Low. Temp. Fis.* **34**, 409 (1979).
 - [30] T. Shinjo, T. Okuno, R. Hassdorf, K. Shigeto and T. Ono, “Magnetic vortex core observation in circular dots of permalloy”, *Science*, **289**, 930 (2000).
 - [31] J.E. Villegas, K.D. Smith, L. Huang, Y. Zhu, R. Morales and I.K. Schuller, “Switchable collective pinning of flux quanta using magnetic vortex arrays: experiments on square arrays of Co dots on thin superconducting films”, *Phys. Rev. B*, **77**, 134510 (2008).
 - [32] L.F. Yin, D.H. Wei, N. Lei, L.H. Zhou, C.S. Tian, G.S. Dong and X.F. Jin, “Magnetocrystalline anisotropy in permalloy revisited”, *Phys. Rev. Lett.*, **97**, 067203 (2006).
 - [33] math.nist.gov/oommf
 - [34] G. Karapetrov, V. Yefremenko, G. Mihajlovic, J.E. Pearson, M. Iavarone, V. Novosad and S.D. Bader, “Evidence of vortex jamming in abrikosov vortex flux flow regime”, *Phys. Rev. B*, **86**, 054524 (2012).
 - [35] C.J. Olson Reichhardt and C. Reichhardt, “Commensurability, jamming and dynamics for vortices in funnel geometries”, *Phys. Rev. B*, **81**, 224516 (2010).
 - [36] B.W. Maxfield and W.L. McLean, “Superconducting penetration depth of Niobium”, *Phys. Rev.* **139**, A1515 (1965).
 - [37] A. Romanenko, A. Grassellino, F. Barkov, A. Suter, Z. Salman and T. Prokscha, “Strong Meissner screening change in superconducting radio frequency cavities due to mild baking”, *Appl. Phys. Lett.*, **104**, 072601 (2014).

- [38] M.V. Milosevic and F.M. Peeters, “Commensurate vortex configurations in thin superconducting films nanostructured by square lattice of magnetic dots”, *Physica C*, **404**, 246 (2004).
- [39] S.Z. Lin, L.N. Bulaevskii and C.D. Batista, “Vortex dynamics in ferromagnetic superconductors: vortex clusters, domain walls and enhanced viscosity”, *Phys. Rev. B*, **86**, 180506 (2012).

5

Longitudes de correlación y transiciones de fase en el estado mixto: efecto de potenciales artificiales de anclaje.

5.1 Introducción

La competencia entre energía elástica de la red, potenciales de anclaje (*pinning*) y fluctuaciones térmicas da lugar a una gran diversidad de fases en el estado mixto. La red de Abrikosov perfecta creada por la tensión elástica, con simetría de traslación de largo alcance es observada en pocos sistemas reales. La existencia de centros de *pinning* intrínsecos obliga a la red a reajustarse, limitando la longitud de correlación y dando lugar a una fase de vidrio de vórtices. Por otro lado, si las fluctuaciones térmicas son comparables a las energías de las deformaciones elásticas, el orden puede perderse completamente y aparecen fases líquidas de vórtices.

La dinámica de vórtices varía enormemente según la fase en la que se encuentren, condicionando completamente las propiedades macroscópicas. Entender la naturaleza de estas fases, así como encontrar maneras de suprimirlas o inducir las es tarea fundamental para controlar las propiedades del superconductor.

La inclusión de potenciales de *pinning* periódicos, como se ha visto, cambia radicalmente la dinámica de vórtices, incluso muy cerca de T_c . En este capítulo se estudia el efecto de estos potenciales artificiales en las transiciones de fase del estado mixto. Para ello se han fabricado diferentes redes de *dots* de Cu de 100 nm de radio y 40 nm de altura sobre las que se ha crecido una película de 100 nm de Nb. Mediante medidas de transporte, principalmente curvas V-I muy cerca de T_c , se ha estudiado la influencia de la geometría de la red en las fases del estado mixto.

Se ha comenzado estudiando una muestra con una red cuadrada de dots (400 nm x 400 nm, muestra SQ desde ahora), observándose la presencia de una transición vidrio-líquido de vórtices.

Una anisotropía en las propiedades de transporte de la muestra podría alterar la naturaleza de esta transición vítrea al reducir la simetría, rompiendo la equivalencia entre ejes X e Y. Para estudiar este efecto, se han fabricado 2 muestras con redes rectangulares (400 nm x 600 nm y 400 nm x 800 nm, muestras R46 y R48 respectivamente), que inducen una mayor movilidad de los vórtices a lo largo de una dirección. Como se mostrará, el resultado es la aparición de una fase esmética de vórtices para campos bajos inducida por la geometría de la red de dots.

Finalmente, con el fin de entender los motivos por los que surge esta nueva fase, se ha fabricado y medido una muestra en la que los dots están dispuestos con orden esmético (muestra SM, con similar densidad que la R46). Las posiciones de los dots son periódicas en el eje X pero están aleatoriamente distribuidas en el eje Y.

5.1.1 Vidrio de Vórtices

Como se discutió en el primer capítulo, la energía elástica de la red de vórtices se minimiza formando la conocida red triangular de Abrikosov. Esta red perfecta con orden a largo alcance no se da en ningún superconductor real debido a la presencia de centros intrínsecos de anclaje que la deforman. De hecho, si los vórtices estuvieran perfectamente ordenados, la red no sería anclada por ningún conjunto de centros de *pinning* dispuestos de manera aleatoria.

Las fuerzas de *pinning* se sumarían como en un *random walk*, de tal manera que aumentarían con el volumen V como $\sqrt{N} = \sqrt{nV}$ siendo n la densidad de centros de pinning. O sea que la fuerza de pinning aumentaría como $V^{1/2}$, mientras que la fuerza de Lorentz lo haría como V . El ratio entre ambas tendería a cero en cualquier sistema macroscópico y la red podría desplazarse sin impedimento: el superconductor siempre tendría resistencia para cualquier campo aplicado y por pequeña que fuese la corriente inyectada. Afortunadamente, la energía de pinning compite con la elástica causando deformaciones de la red que rompen este dibujo y dan lugar a configuraciones vórtices anclados, con resistencia cero.

Siguiendo el análisis pionero de Larkin y Ovchinnikov [1], a fin de minimizar la suma de energías elástica y de pinning, la red se divide en volúmenes de correlación, siendo R_c y L_c las longitudes de correlación en las direcciones transversal y

longitudinal al campo aplicado. Dentro de estos volúmenes los vórtices mantienen una ordenación de red, pero entre ellos se producen deformaciones de cizalla y de inclinación que permiten adaptarse mejor a la presencia de centros de *pinning*, a costa de aumentar la energía elástica. Siendo ξ la longitud coherente, C_{44} el módulo elástico de inclinación (*tilt*), C_{66} el módulo de cizalla (*shear*) y f la fuerza de *pinning* que ejercen los defectos, la variación de energía libre al dividir la red en volúmenes de correlación viene dada por:

$$\delta F = \frac{1}{2} C_{66} \left(\frac{\xi}{R_C} \right)^2 + \frac{1}{2} C_{44} \left(\frac{\xi}{L_C} \right)^2 - f \xi \frac{n^{1/2}}{V_C^{1/2}}$$

De esta expresión se obtiene que el equilibrio se dará para:

$$L_C = \frac{2C_{44}C_{66}\xi^2}{nf^2} \quad R_C = \frac{2^{1/2}C_{44}^{1/2}C_{66}^{3/2}\xi^2}{nf^2} \quad V_C = \frac{4C_{44}^2C_{66}^4\xi^6}{n^3f^6}$$

Como se ve de las expresiones anteriores, cuanto más *blanda* sea la red y mayor número de centros de *pinning*, menor será el volumen de correlación, pudiendo llegar a ser del orden de la separación entre vórtices. A esta fase desordenada de los vórtices se le denomina vidrio de vórtices [2], en contraposición al orden de una *vortex lattice*. En sistemas muy limpios, la longitud de correlación puede ser muy grande, pero nunca será realmente infinita, y la denominación *vortex lattice* ha sido sustituida por Vidrio de Bragg [3], haciendo referencia a los picos observados en experimentos de difracción de neutrones en este tipo de sistemas.

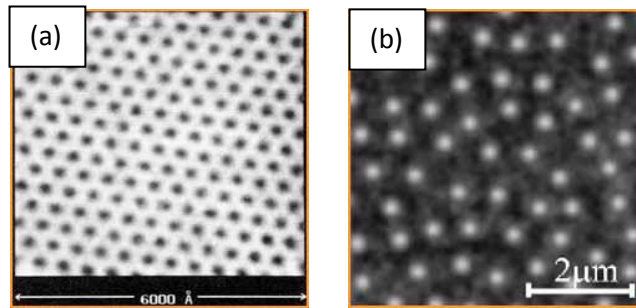


Figura 5.1. Imágenes de vórtices: (a) obtenida por STM en un monocristal de NbSe₂ (H.F.Hess *et al.* Phys. Rev. Lett. **62**, 214 (1989)). La ausencia de desorden en la muestra permite tener correlación a largo alcance, correspondiente a un Vidrio de Bragg. (b) Vidrio de vórtices visto por MFM en una película de Nb (A.Volodin *et al.* Europhys. Lett. **58**, 582 (2002)). El desorden intrínseco limita la longitud de correlación, que se vuelve del orden de la distancia entre vórtices.

Otro caso interesante, especialmente en los HTSC, es cuando, además del *pinning* aleatorio hay fuentes de desorden extensas, como son paredes de maclas o defectos columnares debido al bombardeo con iones, que definen una dirección de campo preferencial para la cual el *pinning* es más efectivo. En esa situación los vórtices se disponen en un Vidrio de Bose [4], con longitud de correlación mucho mayor a lo largo de la dirección de los defectos.

5.1.2 Líquido de vórtices

Cuando las fluctuaciones térmicas son del orden de las energías elásticas el vidrio de vórtices pierde toda longitud de correlación y las oscilaciones pueden llegar a ser comparables a la separación entre vórtices, momento en el que el vidrio se funde en un líquido de vórtices [5] en el que el movimiento es totalmente plástico, esto es, los vórtices pueden deslizarse con facilidad sobre sus vecinos.

En el vidrio gran parte de los vórtices no se encuentran anclados directamente por fuerzas de pinning, sino que se mantienen sujetos por la tensión elástica de la red. La transición a líquido de vórtices implica que estos vórtices serán ahora libres de fluir por pequeña que sea la corriente aplicada, por lo que la resistividad será no nula para cualquier valor de la corriente. Se trata por tanto de una fase resistiva dentro del estado superconductor (Figura 5.2), en la que ya hay pares de Cooper y el gap superconductor se ha abierto, pero en la cual la fase de la función de onda macroscópica fluctúa aleatoriamente en el espacio y tiempo.

La fase líquida fue teorizada por vez primera en los HTSC para explicar la aparición de líneas de irreversibilidad y la gran anchura en temperatura de la transición superconductora al aplicar un campo magnético. Las mayores fluctuaciones térmicas (debido a su mayor T_c) en este tipo de superconductores unida a su mucha menor tensión de línea hicieron fácilmente observables efectos de competición entre las energías térmica, elástica y de pinning que no habían sido estudiados en superconductores clásicos. Fue a posteriori cuando se observó también en LTSC una zona de líquido de vórtices [6]-[8].

La diferencia se encuentra en el rango de medida: unas temperaturas más bajas y vórtices más rígidos limitan la aparición de la zona líquida a una estrecha franja muy cerca de la transición superconductora, con una anchura del orden de decenas de milikelvin, lo que hace su estudio una tarea más compleja.

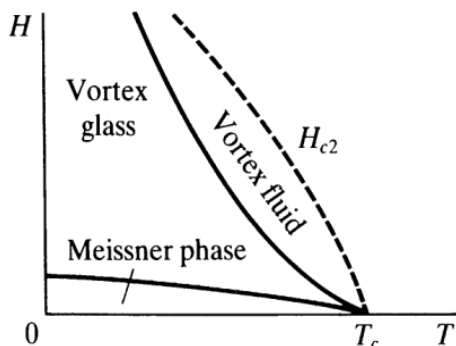


Figura 5.2. Diagrama de fases esquematizado de un superconductor de alta temperatura

5.1.3 Activación térmica y disipación en el Vidrio de vórtices

Las deformaciones permiten al vidrio adaptarse a una configuración anclada. Por ello es necesario aplicar una fuerza de Lorentz mínima para ser capaz de moverlo. Por este motivo, en principio, en el vidrio de vórtices la resistencia debería ser estrictamente 0 siempre que no superemos una determinada densidad de corriente crítica, J_c . Sin embargo, los procesos de activación térmica permiten el movimiento de vórtices para corrientes por debajo de J_c , saltando las barreras de potencial y generando por tanto disipación. A este proceso de reptado se le conoce como *flux creep*, y su reducción es uno de los principales retos tecnológicos para implementar cables de HTSC.

Anderson y Kim consideraron el problema de un vórtice en un sistema con numerosos pozos de potencial, correspondientes a los centros de pinning [10]. La probabilidad de saltar a un pozo vecino vendrá dada por $e^{-U_0/KT}$ donde U_0 es la altura de la barrera. Cada salto de un vórtice provocará un pico de voltaje. Si no hay ninguna fuerza externa aplicada la probabilidad de saltar hacia adelante o hacia atrás será la misma y no habrá desplazamiento neto ni caída de potencial medible pues ambas contribuciones se anularán. Sin embargo, al aplicar una fuerza externa de amplitud f (como la fuerza de Lorentz) se crea un gradiente en la energía potencial, que hace más probable el salto en la dirección de la fuerza. Teniendo en cuenta eso y considerando una distancia L entre pozos de potencial, la velocidad media del *flux creep* es proporcional a:

$$e^{-U_0/KT} \cdot \sinh\left(\frac{fL^4}{KT}\right)$$

Suponiendo que la fuerza es generada por una corriente, y siendo J_c la corriente crítica (para la cual no es necesaria la activación térmica para mover los vórtices), para $J \rightarrow 0$ la caída de potencial será proporcional a:

$$J \cdot e^{-U_0(1-J/J_c)/kT}$$

Por lo que la resistividad se comportará como

$$\rho \sim e^{-\frac{U_0}{kT}}$$

Esto implica que $\rho \rightarrow \text{constante} \neq 0$ cuando $J \rightarrow 0$, el comportamiento en el límite de bajas corrientes será de tipo óhmico. Esto significa que para cualquier temperatura distinta de cero, para cualquier corriente aplicada habrá *flux creep*, y el superconductor nunca podrá tener resistencia nula en presencia de un campo magnético, aunque ésta pueda ser indetectablemente baja. Esta visión del vidrio de vórtices lo asemeja al vidrio de un cristal: no es más que un fluido ralentizado con tiempos de relajación muy largos, pero formalmente nada lo distingue del líquido de vórtices, serían en realidad la misma fase.

Sin embargo, como mostraron los trabajos de M.P.A. Fisher [2],[10], el análisis anterior es únicamente correcto en sistemas 2D, pues trata el vórtice como una partícula e ignora que se trata de una línea de flujo. En vez de tratarlo como una partícula moviéndose en el plano XY, se deben tener en cuenta las 3 dimensiones y considerar excitaciones de una determinada longitud en el eje Z [11]. La energía libre para deformar un segmento del vórtice de longitud z a una distancia r (Figura 5.3) viene dada por:

$$\delta F(r, z) = \frac{\varepsilon_1 r^2}{z} + \langle U_0 \rangle z - f z r$$

Donde ε_1 es la tensión de línea del vórtice y $\langle U_0 \rangle$ toma en cuenta el número de centros de *pinning* a los que se halla anclado por unidad de longitud. Esta expresión tiene un punto de silla para $r^* = \sqrt{U_0/\varepsilon_1}$ y $z^* = \langle U_0 \rangle / \phi_0 J$ para el cual

$$\delta F(r^*, z^*) = \frac{\varepsilon_0^{1/2} U_0^{3/2}}{\phi_0 J}$$

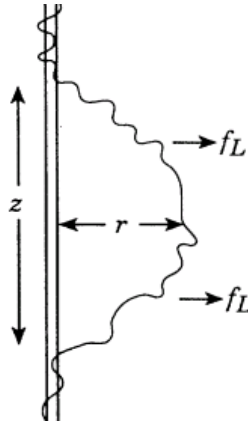


Figura 5.3. Deformación en un vórtice considerando su dimensión longitudinal.

Una vez superado este collado la deformación se puede propagar en la variable z hasta el infinito (la totalidad del vórtice) y el salto (*flux creep*) se completa. Se puede observar en la anterior expresión que la barrera de potencial a saltar evoluciona con la corriente como $1/J$, por lo que diverge para $J \rightarrow 0$. La resistividad será entonces proporcional a:

$$\rho \sim e^{-\frac{U_0}{kT} \cdot (J_c/J)}$$

La dependencia de J inversa en el exponente asegura que $\rho \rightarrow 0$ cuando $J \rightarrow 0$, a diferencia de lo que ocurría en el modelo de Anderson-Kim. El cuidadoso análisis de Fisher revela que el vidrio de vórtices sí es un estado con conductividad perfecta, cualitativamente distinto del Líquido de Vórtices y separado de éste por una verdadera transición de fase.

Aunque la anterior derivación de la energía de activación se ha hecho para un tipo de deformación particular, excitaciones alternativas (como deformaciones de doble *kink*) han sido consideradas llevando en todos los casos a barreras de potencial con dependencia inversa con la corriente, del tipo $J^{-\mu}$, que aseguran la existencia de una fase no disipativa.

5.2 Transición Vidrio-Líquido

5.2.1 Observación de la transición

El paso de vidrio a líquido de vórtices es referido frecuentemente como fusión o transición vítrea (*vortex melting transition*). Al bajar la temperatura desde el Líquido de Vórtices se produce un ordenamiento, por lo que la entropía se reduce y ocurre una verdadera transición de fase. Esta transición puede ser de segundo orden si el

sistema se “congela” a un vidrio con longitudes de correlación finitas, o de primer orden si se “congela” a una red de vórtices perfecta.

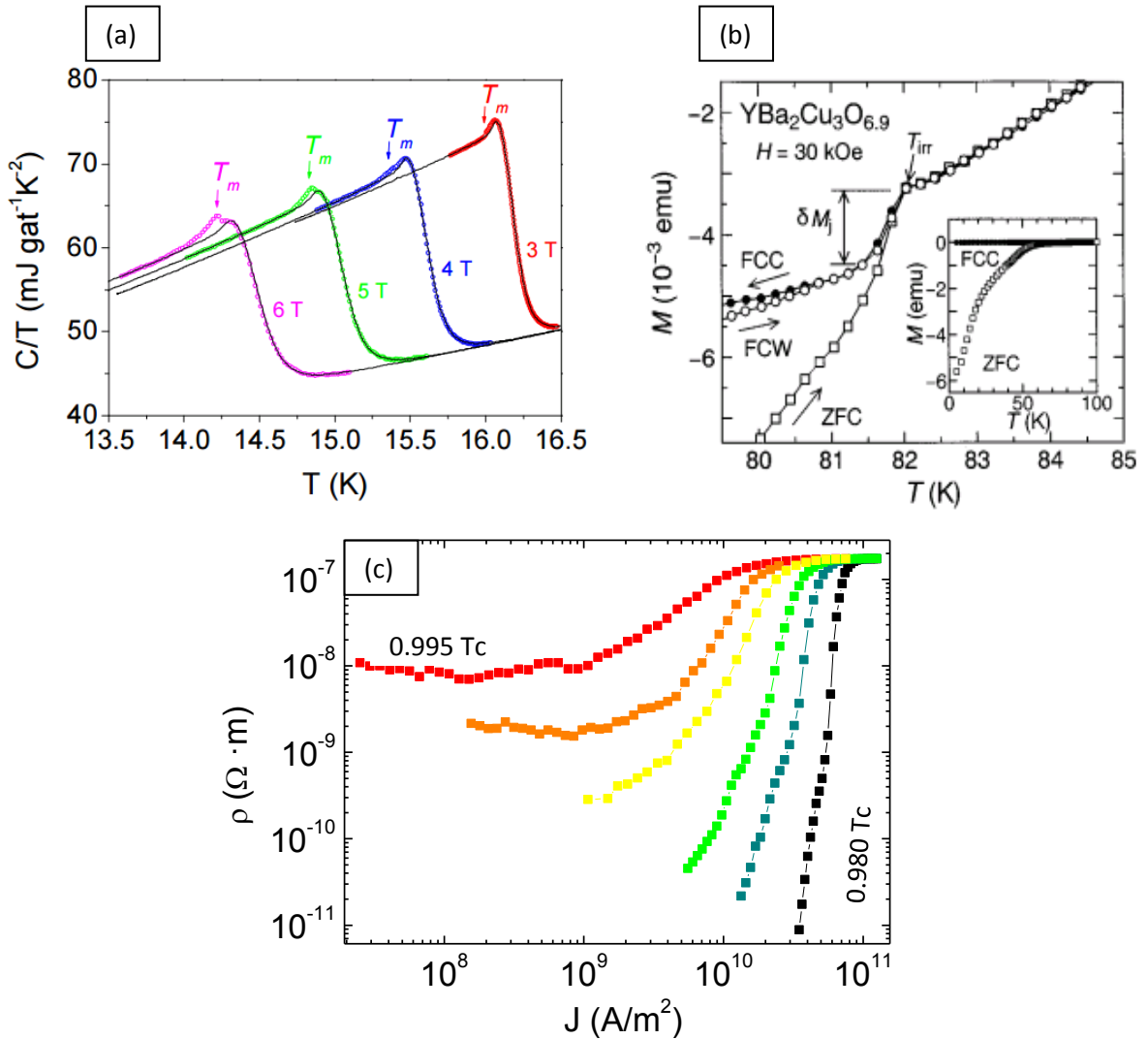


Figura 5.4. Observación de la transición vítrea utilizando distintas técnicas. (a) Calor específico frente a T para diversos campos en un monocristal de Nb_3Sn (Ref. 12). Por debajo del salto grande en C correspondiente a la transición superconductora se observa un pequeño pico debido a la ordenación a vidrio de vórtices, más visible a campos altos. (b) Imanación frente a T en *field cooling* y *zero field cooling* en un cristal de YBCO de varios mm (Ref. 14). Se observa que por encima de una temperatura T_{irr} (en el líquido de vórtices), la imanación no depende de la historia magnética. Las barreras de entrada y salida de vórtices, sostenidas por el pinning colectivo, desaparecen en la fase líquida, y con ellas los efectos de histéresis. (c) Resistividad frente a J para $H=H_1=127 \text{ Oe}$ en la muestra SQ, para distintas temperaturas entre $0.980 T_c$ y $0.995 T_c$.

Debido al carácter mesoscópico de los vórtices, la reducción de entropía ligada a su ordenamiento será pequeña comparada con la gran reducción que se produce al cruzar H_{C2} (momento en el que se condensan los pares de Cooper), por lo que observar la transición vítrea mediante medidas termodinámicas, como calor específico, es complicado [12].

Esta transición sin embargo producirá un cambio fundamental en la dinámica de los vórtices, que se verá reflejado en las propiedades magnéticas [13]-[14] y de transporte [15] (Figura 5.4). Como se ha discutido en las secciones anteriores, la evolución de V o R para $J \rightarrow 0$ revela información sobre la naturaleza del *flux creep* y permite diferenciar si el sistema se encuentra en fase vidrio o líquido. El análisis de la curvas $V-I$ son el método más extendido para el estudio de la transición vítrea, y el más adecuado para el tipo de muestras fabricadas en esta tesis. La observación de la transición mediante medidas magnéticas requiere de muestras mucho más grandes que las que se pueden fabricar mediante litografía.

La figura 5.4c muestra curvas de resistividad frente a J para distintas temperaturas para la muestra SQ. Se puede ver que la tendencia para $J \rightarrow 0$ es muy distinta entre la isoterma más alta y la más baja: la primera tiende a un valor constante de ρ , muestra un comportamiento óhmico característico de una fase líquida; en la segunda ρ cae muy rápidamente a 0 al disminuir J , un comportamiento altamente no-lineal correspondiente al vidrio de vórtices. Entre medias de las dos isothermas se tiene la evolución correspondiente a una transición de fase continua.

5.2.2 Escalado de los datos y exponentes críticos

Por tratarse la transición vítrea de una transición continua, de segundo orden, el surgimiento de la fase de vidrio de vórtices ocurre de manera paulatina (Figura 5.5). Para $T > T_G$ (la temperatura de transición) la fase de vidrio comenzará a nuclear en pequeños volúmenes de tamaño ξ_G , la longitud de correlación del vidrio (no confundir con la longitud de correlación anteriormente discutida). Al bajar la temperatura, el tamaño de estos núcleos aumentará, divergiendo para T_G , cuando percolan a través de toda la muestra. Por debajo de T_G la mayor parte de la muestra ya es un vidrio de vórtices, pero aún quedarán zonas donde localmente haya Líquido de Vórtices. Así para $T < T_G$, ξ_G define el tamaño de estas zonas aisladas. Durante la transición, ξ_G evoluciona con la temperatura como:

$$\xi_G \sim \left| 1 - \frac{T}{T_G} \right|^{-\nu}$$

Siendo ν el exponente crítico estático. Por otro lado el tiempo de relajación característico varía como:

$$\tau_G \sim \xi_G^{-z} \sim \left| 1 - \frac{T}{T_G} \right|^{-\nu z}$$

Donde z es el exponente crítico dinámico.

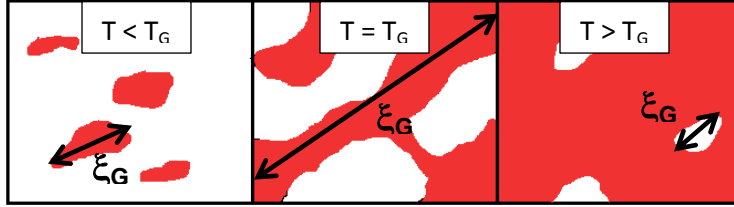


Figura 5.5. Surgimiento del líquido de vórtices (rojo) al aumentar la temperatura a través de la transición vítrea.

Fisher *et al* [10] propusieron que dado que el campo eléctrico \vec{E} depende del potencial vector \vec{A} como $\vec{E} = \partial \vec{A} / \partial t$, y puesto que \vec{A} entra en la fórmula de la energía libre de la teoría de Ginzburg-Landau como el inverso de una longitud, entonces el campo eléctrico debería escalar como $1/(\text{longitud} \times \text{tiempo})$, es decir el campo eléctrico escalado quedaría como $E \xi_G^{z+1}$.

Por otro lado puesto que $\vec{J} \sim \partial f / \partial \vec{A}$ y suponiendo que f escala con la dimensión D (en este caso $D=3$ siempre) como $(\text{longitud})^{-D}$, el escalamiento de J quedaría como $J \xi_G^{D-1}$. Con esto se debería tener la siguiente ley de escala en la transición:

$$\rho \left[\left(1 - \frac{T}{T_G} \right)^{\nu(D-2-z)} \right] = F_{\pm} \left\{ \left(\frac{J}{T} \right) \left(1 - \frac{T}{T_G} \right)^{\nu(1-D)} \right\}$$

Donde F_{\pm} son las dos funciones de escala por encima y debajo de T_G .

Una vez encontrados los exponentes críticos ν y z y tras realizar este escalado, todas las curvas V - I tomadas a distintas temperaturas por encima de T_G deberían colapsar en una sola curva, y todas las tomadas por debajo de T_G , en otra.

La figura 5.6a muestra un conjunto de curvas V - I isoterma medidas en la muestra SQ para $H=3 H_1$. A priori se desconocen tanto T_G como los exponentes críticos ν y z , y el proceso para encontrarlos se basa en prueba y error: se prueba a realizar el escalado numerosas veces, barriendo los distintos valores que puedan tomar estas

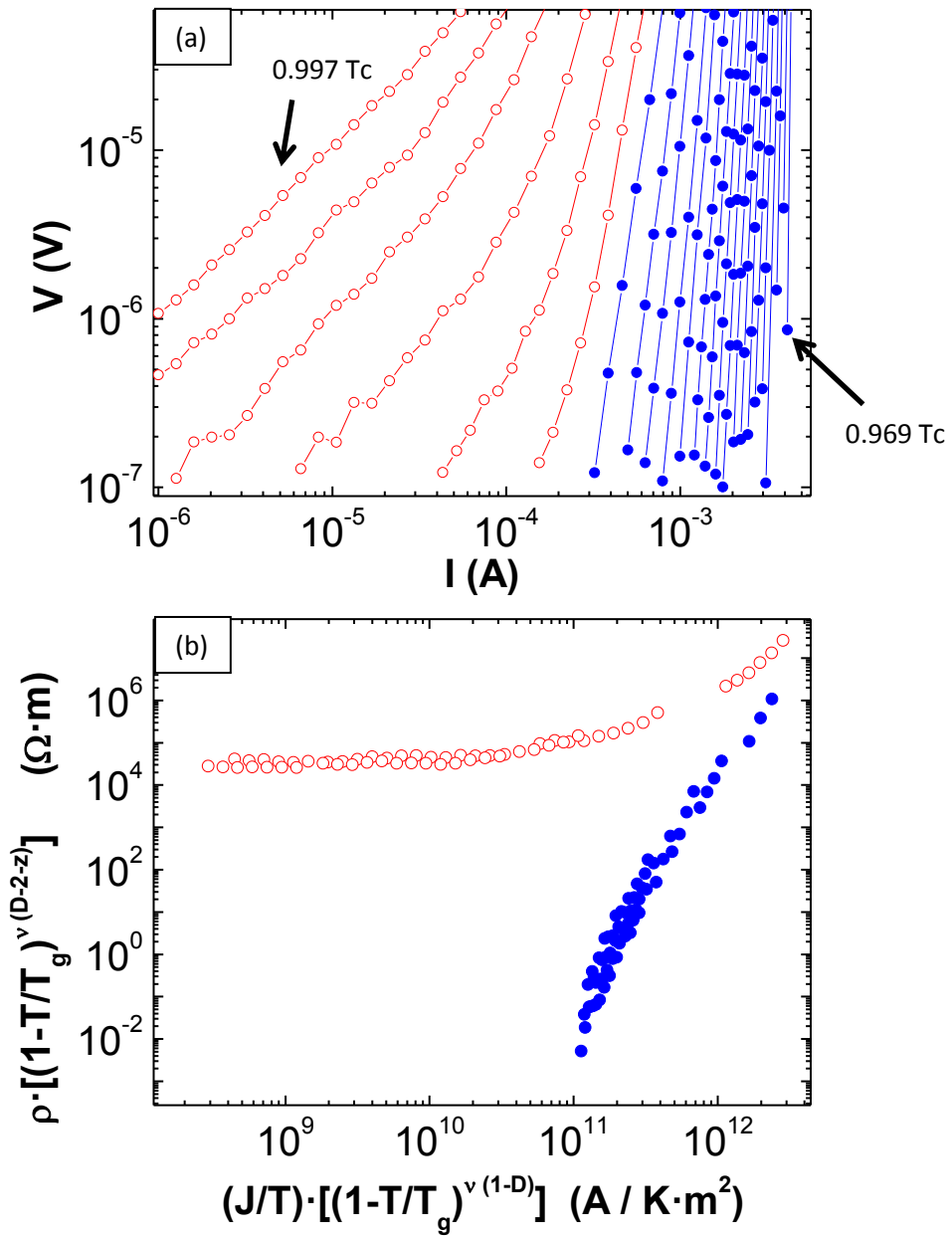


Figura 5.6. (a) Curvas V-I desde $0.969 T_c$ a $0.997 T_c$, tomadas cada 10 mK, para la muestra SQ ($T_c = 8.02$ K) y $H=380$ Oe = $3H_1$. Isotermas por encima de T_G representadas con círculos rojos abiertos, y por debajo de T_G con círculos sólidos azules. (b) Colapso de las curvas obtenido para $T_g = 0.989 T_c$, $\nu = 1.0$ y $z = 6.7$

3 variables hasta encontrar la temperatura T_G y los exponentes críticos para los que se consigue colapsar todos los datos en dos curvas.

Mediante este proceso, y partiendo de los datos de la figura 5.6a, se consiguió realizar el colapso mostrado en la figura 5.6b para $T_g = 0.989 T_c$, $\nu = 1.0$ y $z = 6.7$. Conseguir escalar los datos con exponentes críticos dentro del rango aproximado predicho por la teoría ($\nu \in [1,2]$; $z \in [3,7]$) es prueba de que el sistema ha sufrido una transición de fase continua de fase, correspondiente a la transición de líquido a vidrio de vórtices. En el caso en el que el líquido se congelase en una red perfecta, esta transición sería de primer orden y el análisis de los exponentes críticos no sería posible. No sería posible realizar el colapso, o se conseguiría con exponentes críticos muy fuera de rango.

El trabajo de Strachan *et al* [16], puso en duda la validez de obtener colapsos como método para identificar la transición de líquido a vidrio. En su trabajo mostró como para un set de datos de V-I, podían colapsarse los datos para varios valores de (T_G, ν, z) distintos. Mostró que para que los exponentes críticos hallados tuvieran significado físico era necesario que T_G cumpliera una condición: la curva V-I para la temperatura T_G debe de ser una línea recta cuando es representada en escala log-log. Es decir, para T_G se ha de cumplir, $V \sim I^{(z+1)/(D-1)}$.

Se puede observar en la figura 5.6a como las curvas V-I por encima de T_G , correspondientes al líquido de vórtices, tienen curvatura cóncava en el límite de corrientes bajas. Aunque esté por debajo de la resolución del equipo, esta curvatura indica una tendencia hacia un comportamiento óhmico. Por otro lado, las curvas correspondientes al vidrio muestran curvatura opuesta, una tendencia hacia un estado no-resistivo.

Esas dos tendencias se pueden distinguir mejor en la figura 5.7, donde se representan las derivadas de las curvas V-I en escala logarítmica. Se observa como las derivadas correspondientes al Líquido caen para corrientes bajas, tendiendo a un valor constante e igual 1, el estado óhmico. Las correspondientes al vidrio en cambio tienden a crecer al bajar la corriente, como es de esperar. Para que los colapsos sean válidos la T_G obtenida de ellos tiene que estar entre la temperatura de la primera V-I con curvatura convexa y la de la última V-I con curvatura cóncava.

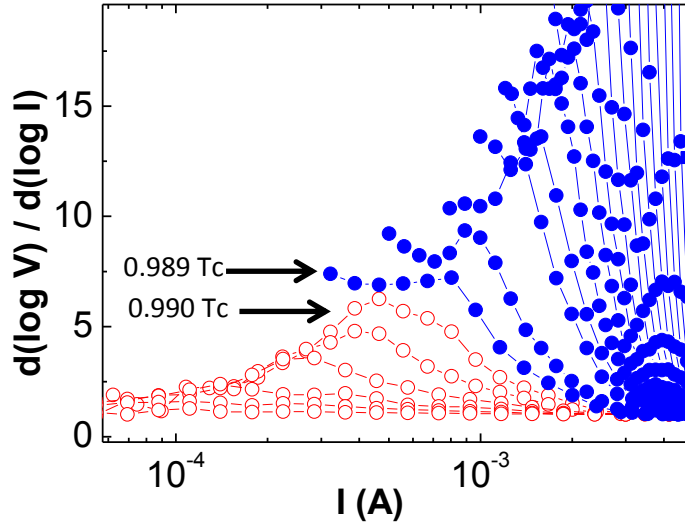


Figura 5.7. Derivadas $\partial(\log V)/\partial(\log I)$ vs I desde $0.969 T_c$ a $0.997 T_c$, cada 10 mK, para la muestra SQ ($T_c = 8.02$ K) y $H=380$ Oe = $3H_1$. Isotermas por encima de T_G representadas con círculos rojos abiertos, y por debajo de T_G con círculos sólidos azules.

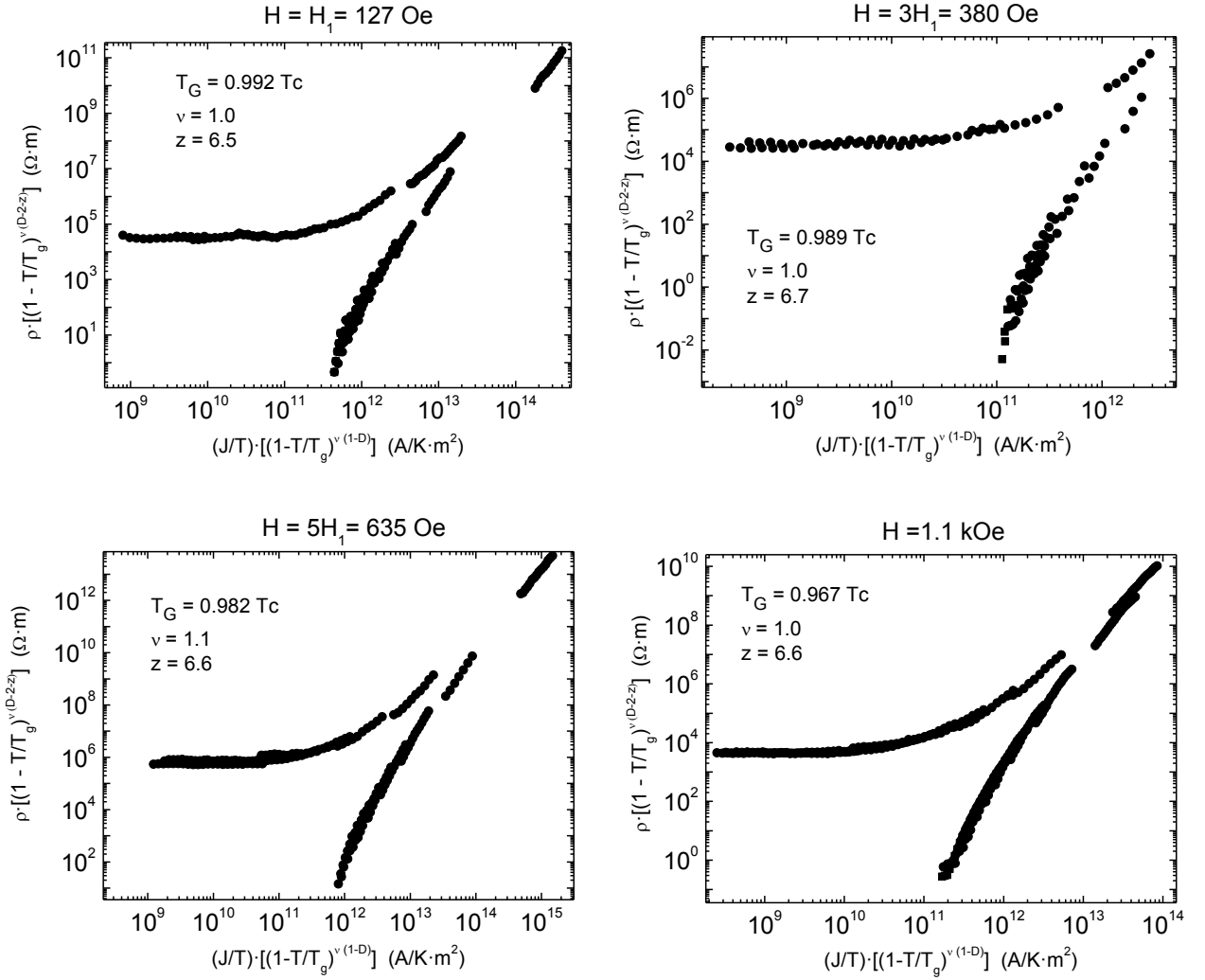


Figura 5.8. Colapsos conseguidos mediante escalado de curvas V-I a distintos campos para la muestra SQ. Las curvas V-I fueron tomadas cada 10 mK en un rango de 200-300 mK por debajo de la transición superconductora $T_{C,H}$ ($T_c = T_{C,0}$).

Como se ve esta condición se satisface en el caso anterior. En la figura 5.8 se muestran los colapsos para 4 campos distintos en la muestra SQ. En todos los casos se cumple el criterio propuesto por Strachan *et al*, y los exponentes críticos hallados se encuentran dentro de los valores predichos por la teoría, lo que confirma que para un rango amplio de H hay una transición de segundo orden, de líquido a vidrio.

Uno de los campos para los cuales se han obtenido colapsos satisfactorios es el primer campo de *matching* $H = H_1 = 127 \text{ Oe}$. Para este campo todos los vórtices deberían estar anclados en los dots de Cu, debido al efecto de conmensurabilidad, por lo que su ordenamiento sería perfecto por debajo de T_G , dando lugar a una transición de primer orden en la que no debería ser posible realizar el análisis de exponentes críticos.

Sin embargo, el superconductor de este sistema es Nb crecido por sputtering, con reducido tamaño de grano y numerosos centros de *pinning* intrínseco distribuidos aleatoriamente cuyo efecto en la dinámica de vórtices no es despreciable. Como mostraron de manera teórica Pogosov *et al* [17], cuando hay competencia entre centros de *pinning* aleatorio y ordenado, la mayor parte de los vórtices se encontrarán situados en las posiciones ordenadas, pero las tensiones creadas por los defectos intrínsecos serán acomodadas cada cierta distancia en forma de deformaciones de la red perfecta, dividiendo la red en dominios de vórtices ordenados, separados por líneas o zonas desordenadas. Así, aunque la dinámica esté gobernada por el *pinning* ordenado, el aleatorio tenderá a romper la simetría traslacional de la red a largo alcance, haciendo finita la longitud de correlación, por lo que el sistema cristalizará en un vidrio de vórtices y los colapsos de las curvas V-I serán posibles.

La existencia de una transición vidrio-líquido en películas de Nb, con y sin presencia de centros periódicos de *pinning*, fue observada por vez primera por Villegas *et al* [8]. En su caso la muestra con *pinning* periódico consistía array de dots de Ni de 500 nm x 500 nm, en el que vieron un claro aumento de T_G en los campos de *matching*, mostrando cómo es posible modificar las fases de vórtices mediante *pinning* artificial, reduciendo la zona líquida en el diagrama de fases [18].

5.3 Inducción de una fase esméctica

Además de fases de vidrio y líquido, también se han observado, aunque con mucha menor frecuencia, fases esmécticas de vórtices. Éstas se caracterizan por tener orden posicional únicamente en una dirección. Es decir, hay correlación

(periodicidad) en las posiciones en una dirección, mientras que en la otra la distribución es similar a la de una fase líquida (Figura 5.9a).

La fase esméctica de vórtices fue observada por primera vez en YBaCuO por Kwok *et al* [19], cuando el campo magnético era aplicado paralelo a los planos ab. La estructura estratificada de estos materiales, unidos a su pequeña longitud coherente comparable a la separación entre planos, es fuente de un *pinning* intrínseco y periódico a lo largo del eje c. Este *pinning* hace más complicado para los vórtices saltar entre planos que deformarse a lo largo del plano ab, haciendo que los procesos de activación térmica sean mucho más importantes en dicho plano.

Así pues al subir la temperatura desde la fase de vidrio, las fluctuaciones térmicas destruirán primeramente el orden posicional en el plano ab, mientras que la periodicidad se mantendrá a lo largo del eje c, dando lugar a una fase esméctica (Figura 5.9b). Si la temperatura sube aún más, las correlaciones a lo largo del eje c se acabarán perdiendo y se entrará en el Líquido de Vórtices. Las transiciones líquido-esméctico y esméctico vidrio serán continuas, pues en ambos casos se produce un congelamiento de grados de libertad, pero la reducción en entropía será menor aún que en el caso de la transición vítrea.

La presencia de esta fase esméctica en YBaCuO ha sido corroborada en varios trabajos [20]-[21], y observada por STM en el proceso de fundido en películas amorfas [22].

Siguiendo el desarrollo teórico de Nelson y Balents [23], esta fase esméctica mantendría para bajas corriente un comportamiento óhmico cuando los vórtices son empujados a lo largo de las direcciones “líquidas”, mientras que el comportamiento es no-resistivo al empujarlos en la dirección en la que el orden se mantiene.

Otro tipo de fase esméctica, de tipo dinámico, se observa en el proceso de paso movimiento plástico a elástico al aumentar la fuerza de Lorentz aplicada a un conjunto de vórtices. Tras los procesos de *depinning* iniciales, para corrientes más altas los vórtices comienzan a moverse por canales bien definidos, apareciendo orden únicamente en la dirección transversal al movimiento [24]-[26].

Se ha de recalcar que la fase esméctica estudiada en este trabajo es estática, el comportamiento para bajas corrientes sirve como test para obtener información sobre la naturaleza del *flux creep* y por tanto el tipo de fase en la que se encuentran los vórtices. No tiene pues relación con la fase esméctica dinámica que ocurre para corrientes más altas.

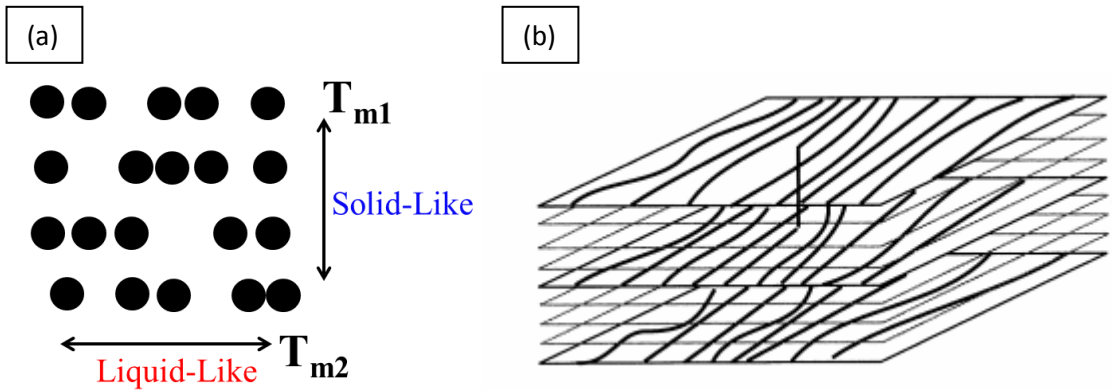


Figura 5.9. (a) Representación esquemática de la fase esméctica. (b) Fase esméctica de vórtice en un superconductor estratificado con H paralelo al plano ab .

5.3.1 Muestras rectangulares

Los trabajos de Villegas *et al* [8] mostraron la posibilidad de alterar de manera significativa las características de las transiciones y fases de vórtices mediante centros artificiales de *pinning*. Las muestras rectangulares mostradas en este capítulo, además de crear un potencial ordenado de pinning, generan una anisotropía en las propiedades de transporte que se verá reflejada en la naturaleza de las transiciones de fase.

La figura 5.10 muestra curvas $V-I$ cada 10 mK en la muestra R46 para $H = H_1 = 86$ Oe aplicando la corriente en las dos direcciones del array. Se observa que para ambas direcciones se produce un cambio en la tendencia de las curvas $V-I$: de un comportamiento óhmico a uno no-resistivo. Analizando las derivadas de las curvas es posible determinar con un margen de error de 10 mK a qué temperatura T_G se produce este cambio.

Se observa claramente como el cambio de la curvatura se produce a dos temperaturas claramente diferenciadas: $T_{G,L}$ cuando los vórtices se empujan a lo largo del lado largo y $T_{G,S}$ cuando se hace a lo largo del corto. La mayor dificultad de los vórtices para moverse a lo largo del lado largo aumenta la temperatura de “fusión” en esta dirección y causa que $T_{G,L} > T_{G,S}$. Es decir, hay un intervalo de temperatura $T_{G,L} > T > T_{G,S}$ de 60 mK para el cual la respuesta es óhmica (líquida) en una dirección y no lineal (vidrio) en la otra, característica definitoria de una fase esméctica.

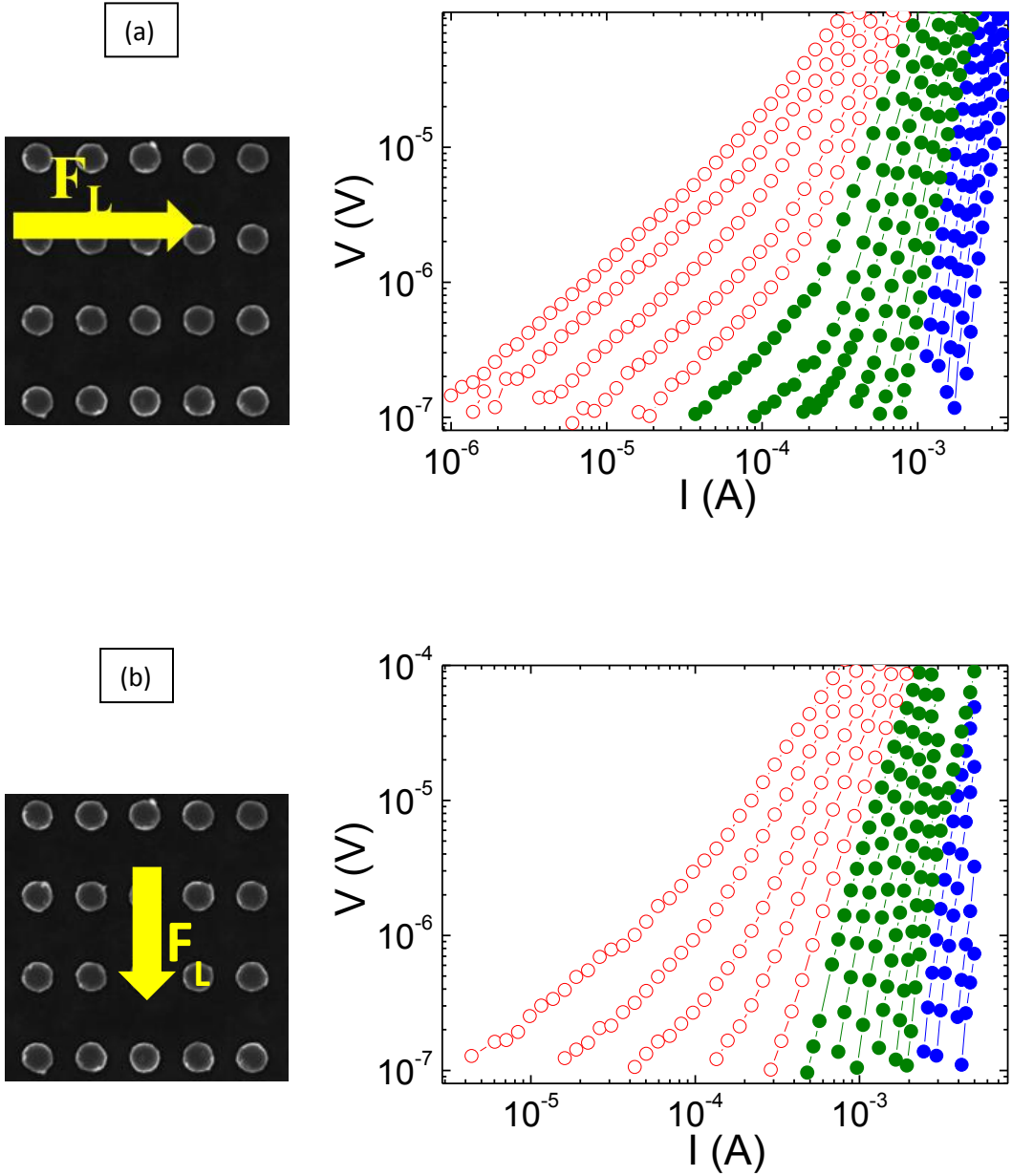


Figura 5.10. Isotermas V - I para la muestra R46 para $H = H_1$, medidas cada 10 mK entre 0.978 y 0.995 T_c ($T_c=8.695$ K). La T_c es 60 mK menor cuando la fuerza de Lorentz es aplicada a lo largo del lado corto (a) que cuando es aplicada a lo largo del lado largo (b), apareciendo una fase esméctica (círculos verdes) entre las fase líquida (círculos abiertos rojos) y vidrio (círculos azules).

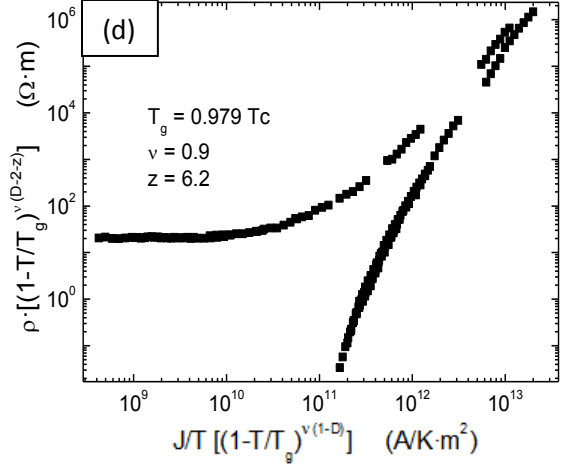
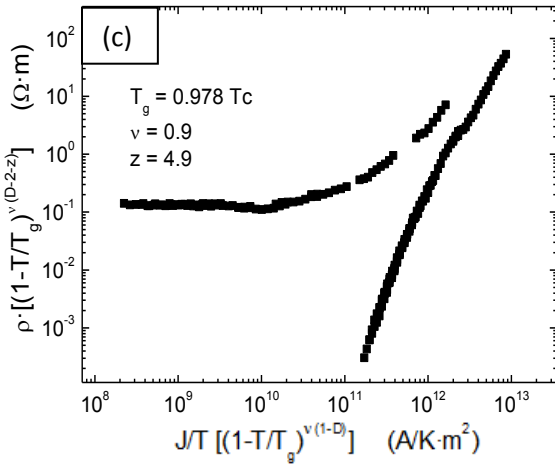
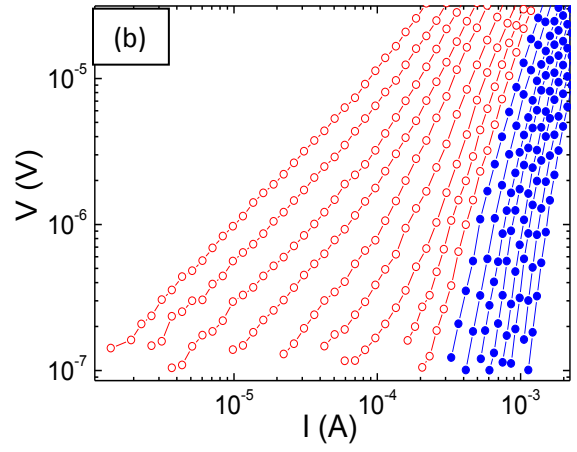
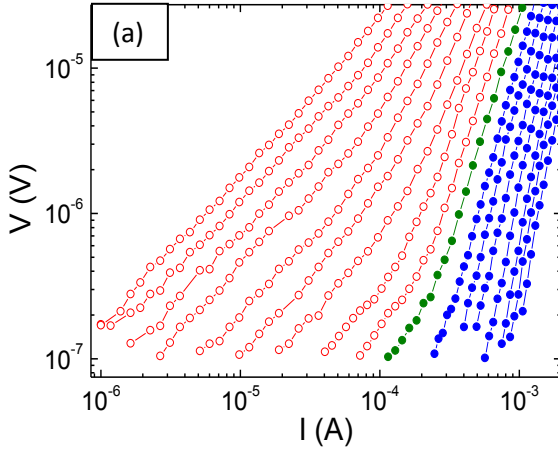
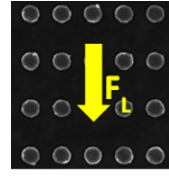
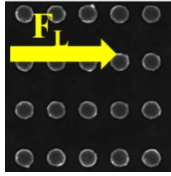


Figura 5.11. Isotermas V-I para la muestra R46 para $H = 3H_1$, medidas cada 10 mK entre 0.970 y 0.989 T_c ($T_c=8.695$ K), con la fuerza de Lorentz aplicada a lo largo de los lados corto (a) y largo (b). Debajo, los datos colapsados mediante escalado, con la fuerza de Lorentz aplicada a lo largo de los lados corto (c) y largo (d)

Por otro lado, no ha sido posible realizar un colapso de las curvas V-I mediante escalado en ninguna de las dos direcciones, por lo que no se observa una transición vidrio-líquido, apoyando la existencia de una fase esméctica entre ambas que evita esta transición directa.

Al aumentar el campo la situación cambia: la figura 5.11 muestra de nuevo curvas V-I, esta vez para $H = 3H_1 = 260 \text{ Oe}$. En esta ocasión la diferencia entre $T_{G,L}$ y $T_{G,S}$ se ha reducido a tan sólo 10 mK, y es posible colapsar los datos con exponentes críticos dentro de los valores predichos por la teoría.

Esto indica que la fase esméctica se hace cada vez más estrecha, hasta desaparecer para campos suficientemente altos, momento en el que se recupera la transición de vidrio a líquido directamente.

Al aumentar el campo y con ello el número de vórtices, las tensiones elásticas cada vez cobran más importancia frente a la energía de *pinning*, teniendo en cuenta que solo un vórtice puede acomodarse sobre cada dot. Ello hace que la distribución de vórtices cada vez se desvíe más de la simetría impuesta por el potencial ordenado de *pinning*, reduciendo la influencia de éste en la dinámica de vórtices y evitando la aparición de una fase esméctica.

Cabe destacar sin embargo, que los exponentes críticos hallados al hacer los colapsos son distintos dependiendo de en qué dirección se empuje la red de vórtices, a pesar de que las T_G son prácticamente iguales (como debería ser, por otra parte). Esto indica que el sistema sufre una transición vidrio-líquido (el orden se establece a la misma temperatura en todas direcciones) pero con exponentes críticos distintos para cada dirección, una transición vidrio-líquido anisótropa [27],[28].

Por tanto, pese a no aparecer a campos altos una fase esméctica, la presencia del potencial de pinning periódico induce cierta anisotropía en la transición reflejada en los exponentes críticos.

La figura 5.12 muestra el diagrama de fases de la muestra R46. Se ve como la fase esméctica es inducida por debajo del tercer campo de *matching*, y a partir de ahí se recupera la transición directa vidrio-líquido, y de nuevo se pueden obtener colapsos.

La muestra R48 es aún más anisótropa que la R46, y los resultados obtenidos en ambas muestras son parecidos cualitativamente, con la diferencia que la presencia de una fase esméctica es mucho más clara para la primera. La figura 5.13 muestra las curvas V-I para la muestra R48 en $H = H_1 = 63 \text{ Oe}$ en las dos direcciones. En

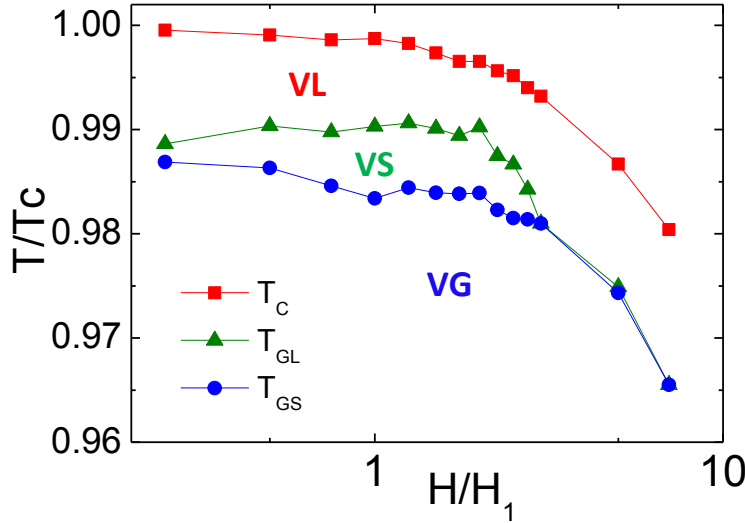


Figura 5.12. Diagrama de fases para la muestra R46. $T_{G,L}$ y $T_{G,S}$ han sido obtenidas analizando las derivadas de las curvas V-I en escala log-log.

esta ocasión la anchura de la fase esmética es mucho mayor, habiendo un intervalo cercano a 250 mK en el que el comportamiento es óhmico en una dirección y no-resistivo en la otra.

La mayor anisotropía facilita aún más el fundido a través de la dirección corta del array. Un posible mecanismo es la reducción del módulo de cizalla. En situación de matching, en la que presumiblemente todos los vórtices se encuentran anclados en los *dots*, el mayor alejamiento (de 600 nm a 800 nm) de las hileras de dots en la muestra R48 puede resultar en que la oposición a cizalladura a lo largo del lado corto causada por la repulsión entre vórtices resulte fuertemente disminuida, aumentando la movilidad en esa dirección y facilitando un fundido a más baja temperatura.

Al aumentar el campo la situación es similar a la observada en la muestra R46: el paso de régimen óhmico a no-resistivo ocurre a la misma temperatura en ambas direcciones y es posible colapsar los datos mediante escalado, recuperando una transición vidrio-líquido. La figura 5.14 muestra curvas I-V para la muestra R48 en un campo $H = 1.1$ kOe.

Al realizar los colapsos, se halla de nuevo una diferencia entre los exponentes críticos en una dirección y en otra que indica que la transición es anisótropa en la velocidad con la que divergen las longitudes de correlación en T_G .

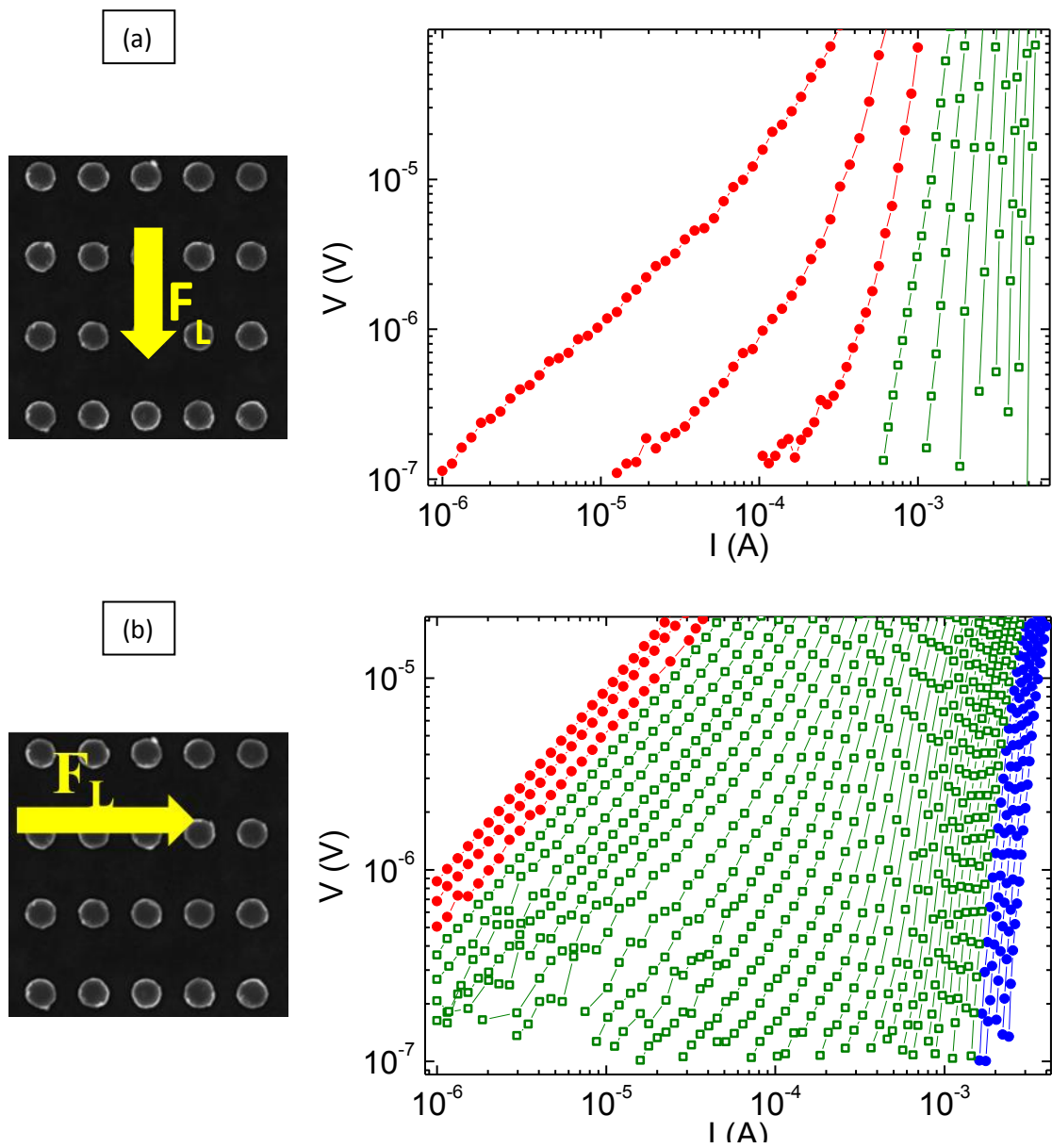


Figura 5.13. Isotermas V - I para la muestra R48 para $H = H_1 = 63$ Oe, medidas cada 10 mK para la fuerza de Lorentz aplicada: (a) en el lado largo y (b) en el corto. Las temperaturas de medida varían entre $0.988 T_c$ y T_c ($=8.296$) en el caso (a), y entre $0.959 T_c$ y T_c en el caso (b).

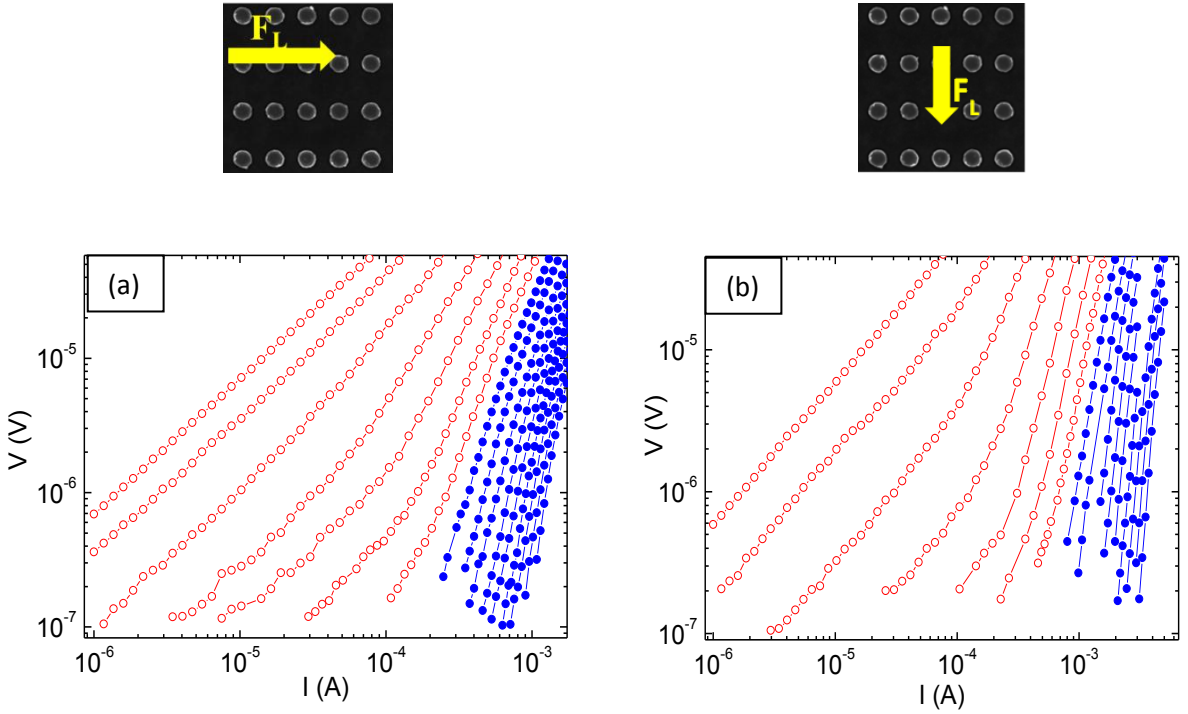


Figura 5.14. Isothermas V-I para la muestra R48 para $H = 1.1$ kOe, medidas cada 10 mK entre 0.936 y 0.973 T_c ($T_c=8.296$ K), con la fuerza de Lorentz aplicada a lo largo de los lados corto (a) y largo (b).

En el límite de corrientes bajas del Líquido la resistividad tiende a un valor constante. Según los argumentos de Fisher *et al* [10], al acercarse a T_G la resistividad debería evolucionar como:

$$\rho \sim (T - T_G)^s$$

En el caso de que la transición sea de líquido a vidrio entonces $s = \nu(z + 2 - D)$. Para $D=3$ y teniendo en cuenta los valores que la teoría predice para ν y z , $3 \leq s \leq 12$ para una transición líquido a vidrio. Este nuevo exponente crítico es posible hallarlo directamente, sin realizar ningún tipo de colapso de los datos, a partir de la dependencia de la resistividad con la temperatura. Si la anterior dependencia es cierta y se calcula la derivada entre la resistividad:

$$\frac{\rho(T)}{\partial\rho(T)/\partial T} = \frac{1}{s}(T - T_G)$$

Es decir, al representar esta cantidad frente a T se obtiene una línea recta cuyo corte en el origen será T_G y cuya pendiente será $1/s$. La figura 5.15a muestra esta representación para la muestra R46 con campo $H=H_1$. Se observa como la resistividad evoluciona como $\rho \sim (T - T_G)^s$, y la T_G obtenida de esta manera coincide dentro del margen de error con la que se obtiene analizando las derivadas de la curva $V-I$ en escala log-log.

Sin embargo el exponente crítico obtenido, $s = 1.9$, está muy por debajo del valor esperado para una transición líquido a vidrio. Esto sin embargo es de esperar para esta muestra, para la que se observa un comportamiento esméctico para campos bajos. Como comprobaron inicialmente Kwok *et al* [19] y predijeron Balents y Nelson [23], el exponente s al transitar de una fase líquida a una esméctica debería rondar el rango 0.5-1.5, de acuerdo con la longitud de correlación observada experimentalmente en transiciones de fase similares en cristales líquidos [20],[21].

La figura 5.15b muestra el valor del exponente crítico s para las muestras SQ, R46 y R48 a distintos campos. Se observa que mientras para la muestra SQ su valor se mantiene constante en el entorno 4-5, compatible con una transición vidrio-líquido; en el caso de R46 y R48, para campos bajos, este exponentes toma valores en el entorno de 1-2, similares a los observados en transiciones líquido-esméctico.

Al aumentar el campo, a partir $3H_1$, el valor de s aumenta en ambos casos hasta tomar valores esperados para la transición vidrio-líquido. Este comportamiento de s en las muestras R46 y R48, obtenido sin colapsos ni análisis de las curvas $V-I$, apoya aún más la existencia de una fase esméctica en estas muestras, inducida de manera artificial por centros de *pinning* periódico, que es suprimida al aumentar el campo magnético.

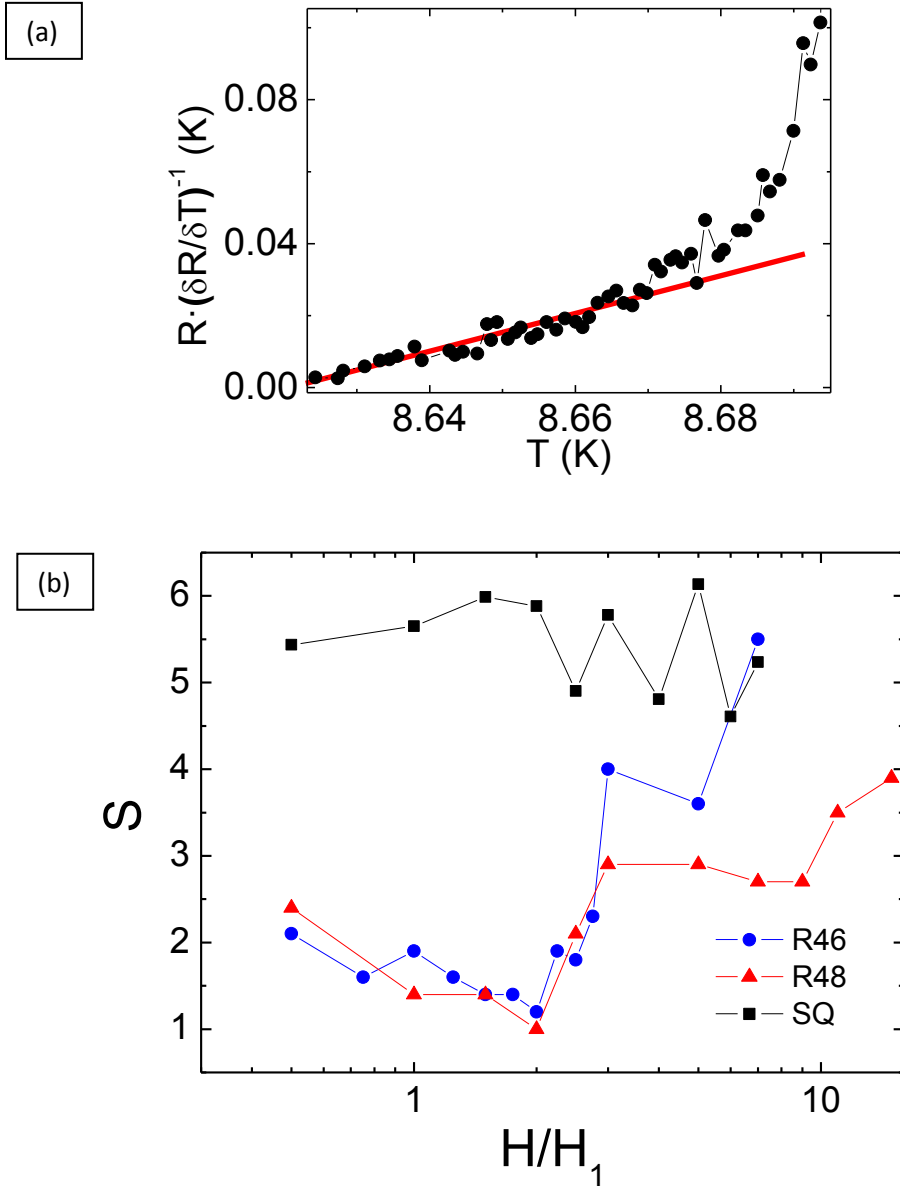


Figura 5.15. (a) $\rho(T)/(\partial\rho(T)/\partial T)$ para la muestra R46 en el primer campo de *matching*. (b) Exponente crítico s frente a H/H_1 para las muestras SQ, R46 y R48.

5.3.2 Muestra de dots con orden esméctico

En la anterior sección se ha discutido como induciendo anisotropía en la movilidad de los vórtices era posible inducir transiciones de fase anisótropas e incluso estabilizar una fase esméctica. Con el fin de entender el papel que el orden juega en la aparición de esta nueva fase se ha fabricado la muestra SM, con la misma densidad que la R46, en los que los dots se disponen con orden esméctico, esto es, con periodicidad en el eje X y desordenados en el eje Y. De esta manera se tratará de crear anisotropía en las propiedades de transporte mediante un potencial no periódico.

Para fabricarla se partió de una red cuadrada de 490 nm x 490 nm, y la posición en el eje Y de cada uno de los puntos de red variada una cantidad aleatoria entre 0 y 245 nm, dejando el eje X ordenado. Este diseño fue convertido a bitmap y cargado al equipo Raith de litografía electrónica. Debido al tamaño de los dots comparable a la separación entre ellos, muchos de ellos se tocan y fusionan en estructuras similares a collares de perlas (Figura 5.16).

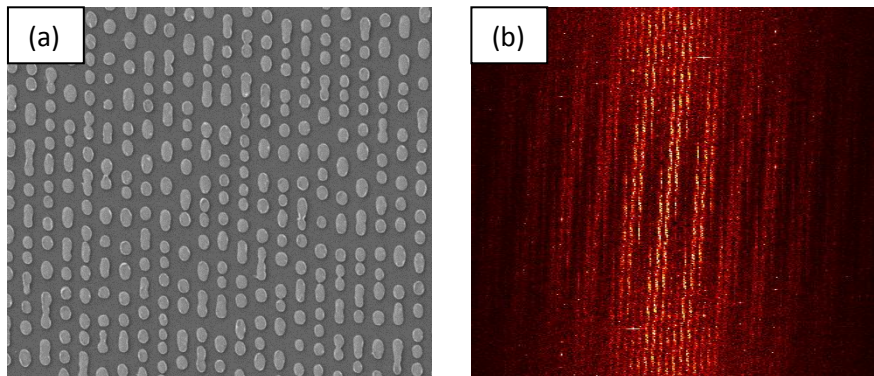


Figura 5.16. (a) Imagen SEM de la muestra SM (b) Transformada de Fourier de la imagen, en la que se observa que solo hay periodicidad en X.

La figura 5.17 muestra la magnetorresistencia a lo largo de las dos direcciones para 0.99 Tc y $I = 0.3$ mA, se puede ver como la ausencia de orden a lo largo del eje Y resulta en una mayor resistencia cuando los vórtices son empujados a lo largo de esa dirección, indicando que tienen una mayor movilidad.

Debido a la aleatoriedad a lo largo de Y, muchos de los dots tendrán un vecino mucho más cerca de lo que lo tendrían en una red ordenada. Esta proximidad no solo facilita el salto de los vórtices de un centro de *pinning* a otro, sino que también hace energéticamente menos rentable a dos vórtices situarse sobre dos *dots*

vecinos, debido a su repulsión. Para relajar la energía elástica muchos vórtices se colocarán en posiciones intersticiales. Estos dos mecanismos aumentan la movilidad de los vórtices a lo largo del lado desordenado, lo que implica una mayor resistencia.

Por otro lado es notable la ausencia de efectos de conmensurabilidad, incluso a lo largo de la dirección ordenada. La posible causa será explicada más adelante.

Así pues en la muestra SM se induce una anisotropía en las propiedades de transporte, haciéndola candidata para la observación de una fase esméctica. Las figuras 5.18a,b muestran curvas V-I cada 10 mK para la muestra SM en $H=H_1$ cuando los vórtices son empujados en ambas direcciones. El cambio de una tendencia óhmica a una no lineal es muy claro para las dos direcciones.

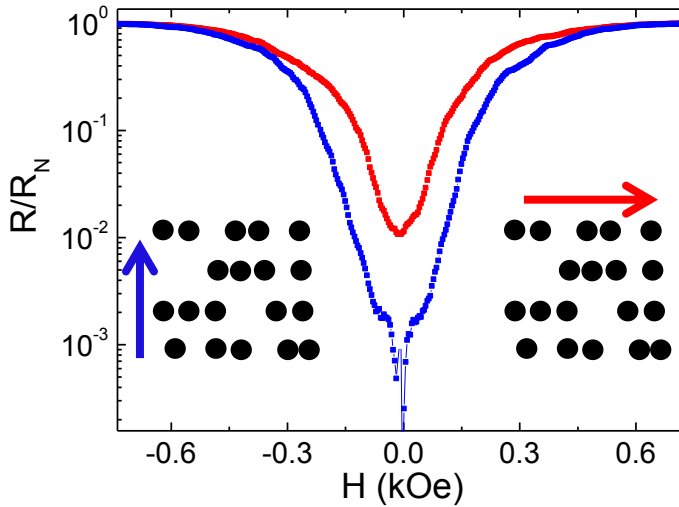


Figura 5.17. Resistencia vs H para $T=0.99 T_c$ y $I = 0.3$ mA, cuando los vórtices son empujados en las direcciones ordenada (azul) y desordenada (rojo).

Sin embargo en esta ocasión la diferencia entre $T_{G,L}$ y $T_{G,S}$ es de apenas 10 mK, comparable al margen de error con el que se determinan usando el método de las derivadas, por lo que la presencia de una fase esméctica no parece probable. La figura 5.18c muestra la evolución con el campo del exponente crítico s , el cual toma en todo el rango valores característicos de una transición líquido-vidrio, descartando la existencia de una fase esméctica.

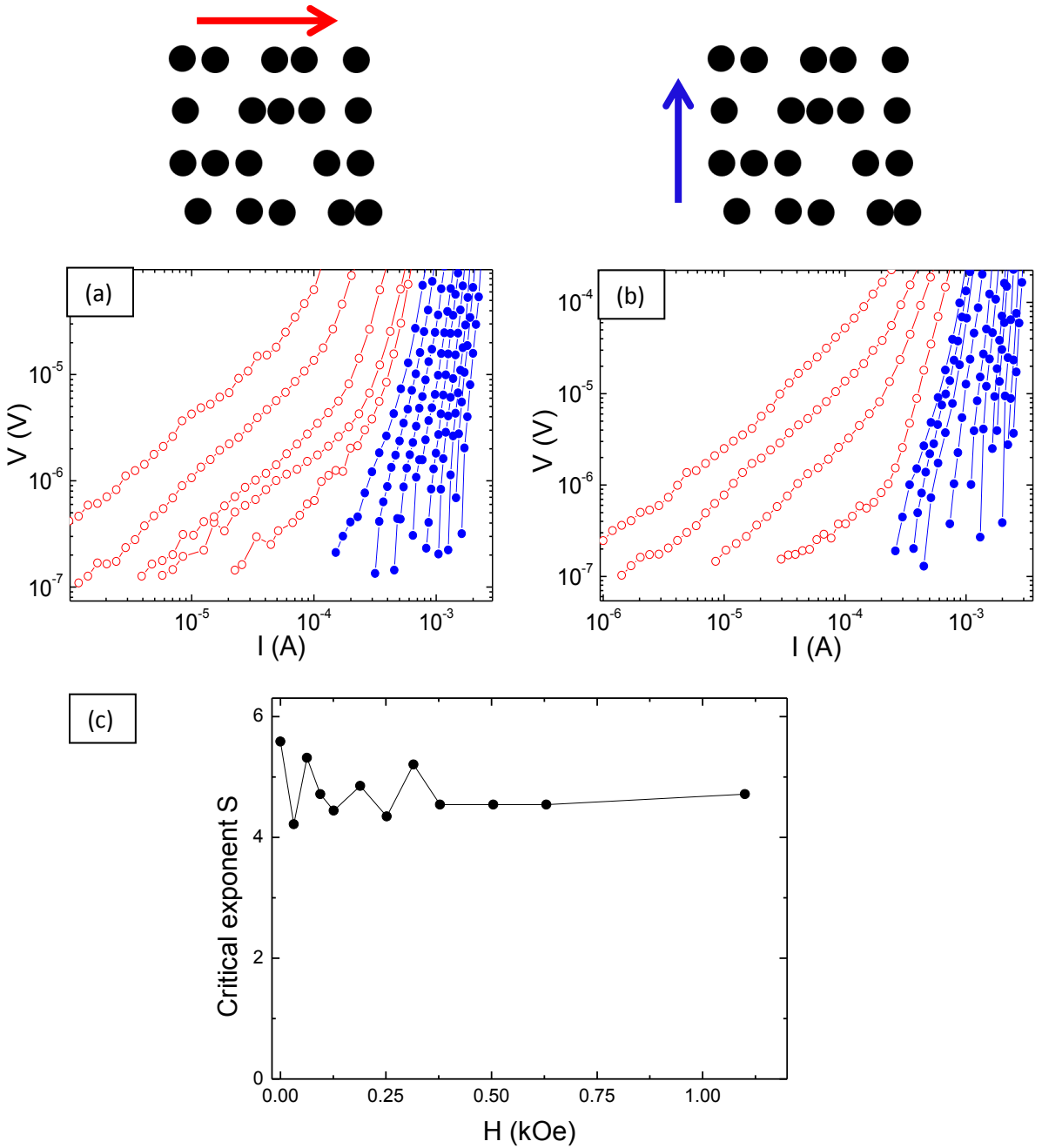


Figura 5.18. Isothermas V - I para la muestra SM para $H = H_1$, medidas cada 10 mK para fuerza de Lorentz a lo largo de los lados (a) desordenado y (b) ordenado. Debajo, $\partial(\log V)/\partial(\log I)$ vs I para fuerza de Lorentz a lo largo de los lados (c) desordenado y (d) ordenado. Representados: con círculos vacíos rojos, el líquido de vórtices; con círculos azules el vidrio y con círculos verdes la posible fase esméctica.

5.4 Orden y fase esméctica

La muestra SM y R46 tienen la misma densidad de dots de Cu, y mediante las dos se ha tratado de inducir anisotropía en la movilidad de los vórtices: en un caso desordenando una dirección y en el otro aumentando el parámetro de la red.

Pese a que ambas muestras presentan anisotropía en las propiedades de transporte, sólo la R46 ha inducido una fase esméctica. El orden en todas direcciones parece pues un ingrediente primordial para generar este tipo de fases en las que el orden sólo se establece en una dirección.

En LTSC la fase líquida (y la esméctica por tanto) sólo puede observarse muy cerca de T_c , cuando la red se ha ablandado lo suficiente debido al solapamiento de los vórtices y el aumento de las longitudes de coherencia y penetración. Ese rápido aumento de $\xi(T) \sim (1 - T/T_c)^{-1/2}$ conlleva un crecimiento en alcance del potencial de *pinning* que un *dot* ejerce: un vórtice de radio $\xi(T)$ comenzará a interactuar con un dot de radio R cuando la distancia entre los centros de ambos sea menor que $R + \xi(T)$. En las películas de Nb crecidas para este trabajo, para 0.99 T_c por ejemplo, $\xi(T) \approx 100 \text{ nm}$, por lo que el rango de interacción $\xi(T) + R \approx 200 \text{ nm}$, es decir 0.4 veces el parámetro de red de las muestras SQ y SM.

Siguiendo a Campbell y Evetts [29], la energía de *pinning* de un vórtice en un dot no magnético será proporcional al volumen del *core* que se encuentre dentro del dot: es *pinning* por proximidad puro. Se ha realizado un sencillo cálculo del potencial de *pinning* generado por distintas redes de dots, suponiendo que $V_p(\vec{r})$ es proporcional al área de intersección entre el vórtice y los dots cuando el primero está situado en la posición \vec{r} .

La figura 5.19 muestra este potencial para distintos rangos de interacción para: (a) una red cuadrada de lado 1 y (b) para una red con orden esméctico generada a partir de la anterior. Mientras que (c) y (d) son las respectivas transformadas de Fourier de los anteriores potenciales.

Al observar las transformadas queda claro que la simetría del potencial que genera el array cuadrado se mantiene para cualquier rango de interacción. Lo mismo ocurriría con cualquier otro array regular. El potencial generado por el array SM en cambio, sufre variaciones cualitativas conforme aumenta el rango de interacción (aumento de la temperatura). Para rangos cortos comparados con el parámetro de red (1) el orden esméctico se mantiene tal como se observa en la transformada de Fourier. Sin embargo, a medida que esta distancia de interacción se hace mayor el

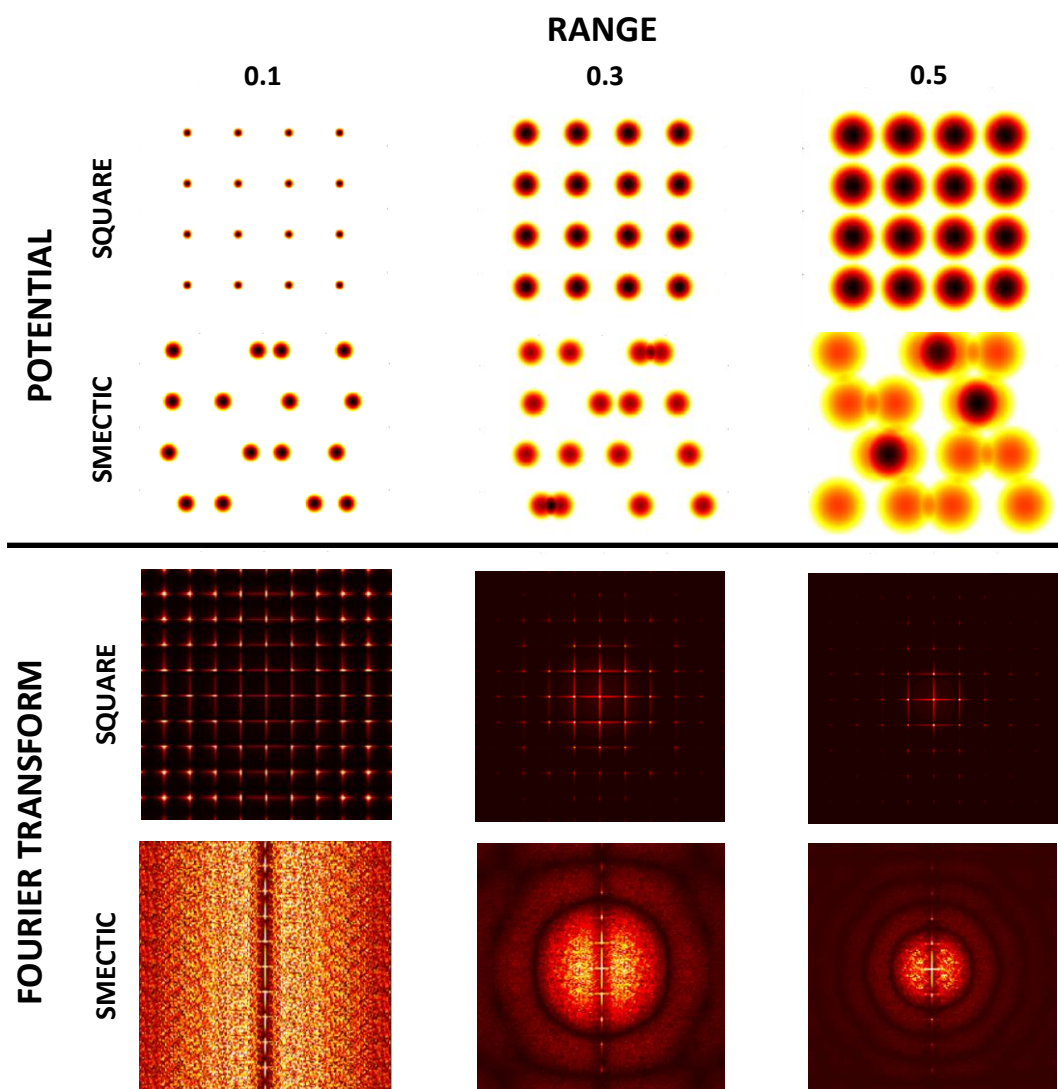


Figura 5.19. Potenciales de pinning generados por un array cuadrado y otro esméctico, y sus transformadas de Fourier, para distintos rangos de interacción.

carácter esméctico se pierde, y la transformada de Fourier se asemeja mucho a la de un array aleatorio, sin ninguna dirección privilegiada.

Es decir, para rangos de interacción altos (temperaturas cercanas a T_c), el desorden a lo largo del eje Y se propaga también al eje X. El resultado es que ambas direcciones resultan desordenadas y la anisotropía en el transporte se reduce. Esto explica la ausencia total de efectos de conmensurabilidad en las dos direcciones observada en la figura 5.17, y la mucha menor efectividad que la muestra R46 para inducir una fase esméctica.

En el caso de la muestra R46, este solapamiento de los potenciales cerca de T_c aumenta la anisotropía en el transporte aún más: la figura 5.20 muestra el potencial de *pinning* calculado de la manera anteriormente expuesta para 0.98 y 0.99 T_c . Se ve cómo en este caso debido a los distintos parámetros de red, el solapamiento de los potenciales se produce primero a lo largo de la dirección corta dando lugar a una estructura en forma de canales que favorece un “fundido” más rápido a través de ellos.

Para la muestra R46 por tanto, el aumento de temperatura lleva a un solapamiento de los potenciales a lo largo de una dirección, favoreciendo la aparición de la fase esméctica. Puesto que la temperatura crítica disminuye al aumentar el campo, este solapamiento no se dará para campos altos, dificultando la aparición de esta fase esméctica.

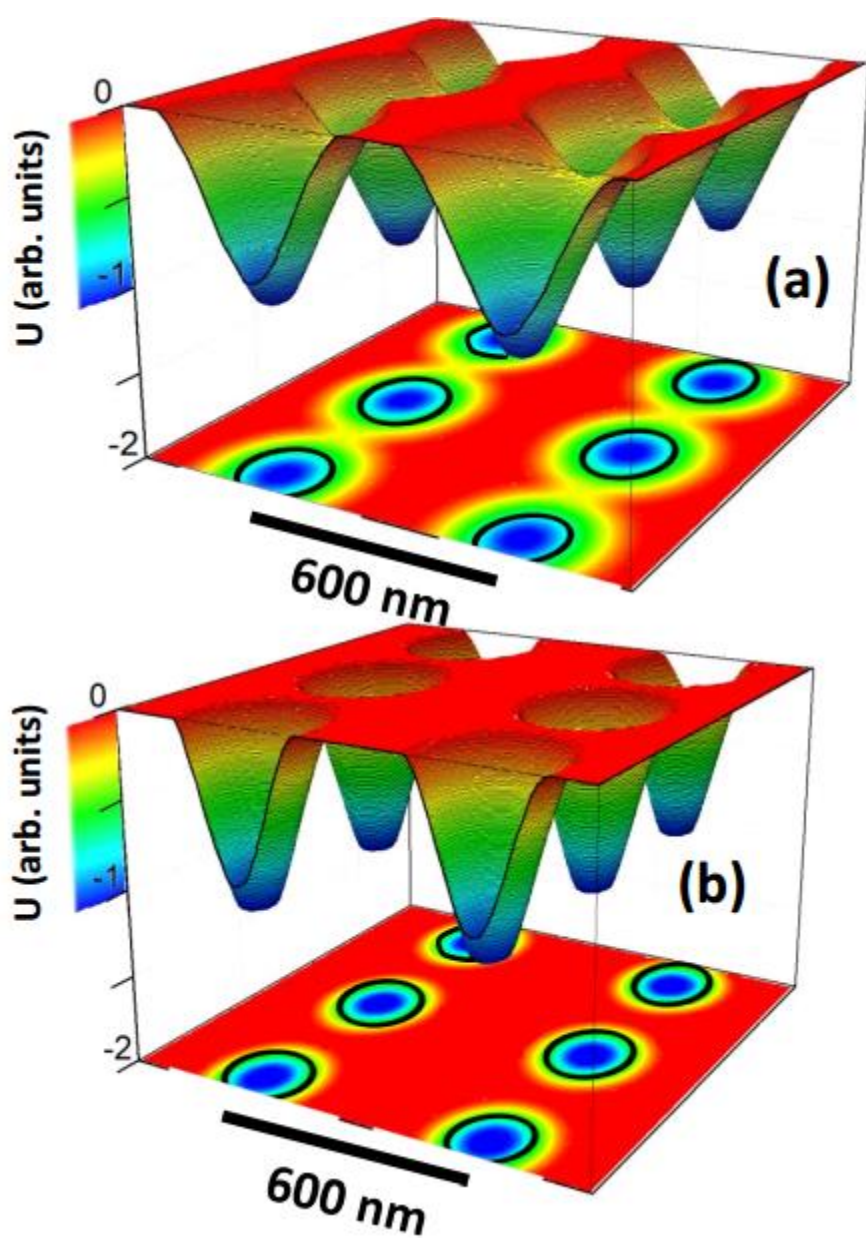


Figura 5.20. Potenciales de pinning generados el array R46 para: (a) $\xi(0.99 T_c) = 100$ nm y $\xi(0.98 T_c) = 75$ nm

5.5.- Conclusiones

En este capítulo se han estudiado las fases de vórtices muy cerca de T_c en películas de Nb nanoestructuradas mediante *arrays* de *dots* de Cu.

- Primeramente se ha usado una muestra con array cuadrado (muestra SQ), en la que se han observado, mediante curvas V-I y escalado de los datos, la presencia de una transición vidrio-líquido de vórtices para un amplio rango de campos
- Con el fin de estudiar el efecto de la anisotropía se fabricaron otras dos muestras rectangulares con parámetros de red 400 nm x 600 nm y 400 nm x 800 nm (R46 y R48 respectivamente)
- Se observó una diferencia en la temperatura a la que se produce el cambio de tendencia óhmica a no-resistiva dependiendo de la dirección en la que se empujen los vórtices. Esto unido a la imposibilidad de realizar colapso de los datos indica la presencia de una fase esméctica. El análisis del exponente crítico s con el que la resistividad evoluciona al abandonar la zona líquida coincide con el observado en otros trabajos para transiciones líquido-esméctico de vórtices.
- Al aumentar el campo, la diferencia entre $T_{G,L}$ y $T_{G,S}$ desaparece, y los colapsos son de nuevo posibles. Esto unido al aumento del exponente s , indica que la fase esméctica no está presente para campos altos, y se recupera la transición directa vidrio-líquido de vórtices.
- Se ha fabricado una muestra con ordenamiento esméctico (SM), en la que no ha sido observada esta nueva fase.
- Un sencillo cálculo del potencial de pinning revela que cerca de T_c , el desorden en una dirección se propaga al resto, por lo que el orden en todas direcciones es más conveniente para inducir la fase esméctica. En cambio, esta fase se ve favorecida cerca de T_c en la muestra R46 debido al solapamiento de los potenciales en una dirección.

Referencias

- [1] A.I. Larkin, "Effect of inhomogeneities on the structure of the mixed state of superconductors", *Zh. Eksp. Teor. Fiz.* **58**, 1466 (1970); A.I. Larkin and A. Ovchinnikov, "Pinning in type II superconductors", *J. Low. Temp. Fis.* **34**, 409 (1979)
- [2] M.P.A. Fisher, "Vortex-glass superconductivity: A possible new phase in bulk high-T_c oxides", *Phys. Rev. Lett.*, **62**, 1415 (1989)
- [3] T. Klein, I. Joumard, S. Blanchard, J. Marcus, R. Cubitt, T. Giamarchi and P. Le Doussal, "A Bragg glass phase in the vortex lattice of a type II superconductor", *Nature* **413**, 404 (2001)
- [4] D.R. Nelson and V.M. Vinokur, "Boson localization and pinning by correlated disorder in high temperature superconductors", *Phys. Rev. Lett.*, **68**, 2398 (1992); "Boson localization and correlated pinning of superconducting vortex arrays", *Phys. Rev. B*, **48**, 13060 (1993)
- [5] E. Brézin, D.R. Nelson and A. Thiaville, "Fluctuation effects near H_{c2} in type II superconductors", *Phys. Rev. B*, **31**, 7124 (1985)
- [6] S. Okuma and N. Kokubo, "Universal critical scaling of dc and ac complex resistivities in an indium film near the vortex glass transition", *Phys. Rev. B*, **56**, 14138 (1997)
- [7] Young Sun, M. B. Salamon, K. Garnier, and R. S. Averback, "Glassy vortex dynamics induced by a random array of magnetic particles above a superconductor", *Phys. Rev. Lett.* **92**, 097002 (2004)
- [8] J. Villegas and J.L. Vicent, "Vortex-Glass transitions in low-T_c superconducting Nb thin films and Nb/Cu superlattices", *Phys. Rev. B*, **71**, 144522 (2005); J. E. Villegas, E. M. Gonzalez, Z. Sefrioui, J. Santamaria, and J. L. Vicent, "Vortex phases in superconducting Nb thin films with periodic pinning", *Phys. Rev. B*, **72**, 174512 (2005)
- [9] P.W. Anderson, "Theory of flux creep in Hard superconductors", *Phys. Rev. Lett.*, **9**, 309 (1962); P.W. Anderson and Y.B. Kim, "Hard superconductivity: theory of the motion of Abrikosov flux lines", *Rev. Mod. Phys.*, **36**, 39 (1964)
- [10] D.S. Fisher, M.P.A. Fisher and D.A. Huse, "Thermal fluctuations, quenched disorder, phase transitions, and transport in type-II superconductors", *Phys. Rev. B*, **43**, 130 (1991)
- [11] G. Blatter, M.V. Feigel'man, V.B. Geshkenbein, A.I. Larkin and V. Vinokur, "Vortices in high temperature superconductors", *Rev. Mod. Phys.*, **66**, 1125 (1994).
- [12] R. Lortz, F. Lin, N. Musolino, Y. Wang, A. Junod, B. Rosenstein and N. Toyota, "Thermal fluctuations and vortex melting in the Nb₃Sn

- superconductor from high resolution specific heat measurements”, *Phys.Rev.B*, **74**, 104502 (2006)
- [13] E. Zeldov, D. Majer, M. Konczykowski, V.B. Geshkenbein, V.M. Vinokur and H. Shtrinkman, “Thermodynamic observation of first-order vortex-lattice melting transition in $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ ”, *Nature*, **375**, 373 (1995)
 - [14] T. Nishizaki, Y. Onodera, N. Kobayashi, H. Asaoka and H. Takei, “Magnetization jump and the vortex-lattice melting transition in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ ”, *Phys.Rev.B*, **53**, 82 (1996)
 - [15] R.H. Koch, V. Foglietti, W.J. Gallagher, G. Koren, A. Gupta and M.P.A. Fisher, “Experimental evidence for vortex glass superconductivity in YBaCuO ”, *Phys. Rev. Lett*, **63**, 1511 (1989)
 - [16] D.R. Strachan, M.C. Sullivan, P. Fournier, S.P. Pai, T. Venkatesan, and C.J. Lobb, “Do superconductors have zero resistance in a magnetic field?”, *Phys Rev. Lett.*, **87**, 067007 (2001)
 - [17] W.V. Pogosov, V.R. Misko, H.J. Zhao and F.M. Peeters, “Collective vortex phases in periodic plus random pinning potential”, *Phys. Rev. B*, **79**, 014504 (2009)
 - [18] J. Trastoy, V. Rouco, C. Ulysse, R. Bernard, A. Palau, T. Puig, G. Faini, J. Lesueur, J. Briatico and J.E. Villegas, “Unusual magnetotransport $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ films due to the interplay of anisotropy, random disorder and nanoscale periodic pinning”, *New J. Phys.*, **15**, 103022 (2013)
 - [19] W.K. Kwok, J. Fendrich, U. Welp, S. Fleshler, J. Downey, and G.W. Crabtree, “Suppression of first order vortex melting transition by intrinsic pinning in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ”, *Phys. Rev. Lett.* **72**, 1088 (1994)
 - [20] S.N. Gordeev, A.A. Zhukov, P.A.J. de Groot, A.G.M. Jansen, R. Gagnon, and L. Taillefer, “Oscillatory melting temperature of the vortex smectic phase in layered superconductors”, *Phys. Rev. Lett.* **85**, 4594 (2000)
 - [21] S.A. Baily, B. Maiorov, H. Zhou, F.F. Balakirev, M. Jaime, S.R. Foltyn, and L. Civale, “Smectic vortex phase in optimally doped thin $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ films”, *Phys. Rev. Lett.* **100**, 027004 (2008)
 - [22] I. Guillamón, H. Suderow, A. Fernández-Pacheco, J. Sesé, R. Córdoba, J. M. De Teresa, M.R. Ibarra and S. Vieira, “Direct observation of melting in a 2-D superconducting vortex lattice”, *Nature Physics*, **5**, 651 (2009)
 - [23] L. Balents and D.R. Nelson, “Quantum smectic and supersolid order in helium films and vortex arrays”, *Phys. Rev. B* **52**, 012951 (1995)
 - [24] F. Pardo, F. de la Cruz, P.L. Gammel, E. Bucher and D.J. Bishop, “Observation of smectic and moving-Bragg-glass phases in flowing vortex lattices”, *Nature*, **396**, 348 (1998)
 - [25] T. Giamarchi and P. le Doussal, “Moving glass phase of driven lattices”, *Phys. Rev. Lett.*, **76**, 3408 (1996)

- [26] C. Zhou, C. Reichhardt, C.J. Olson-Reichhardt and I.J. Beyerlein, "Dynamic Phases, Pinning and Pattern Formation for Driven Dislocation Assemblies", *Scientific Reports*, **5**, 8000 (2015)
- [27] O.B. Hyun, T. Nabatame, S. Koike, H. Suhara and I. Hirabashi, "Transport properties and vortex-glass melting in $Tl_nBa_2Ca_2Cu_3O_x$ ($n=1,2$) films: correlation of scaling exponents with crystal anisotropy", *Phys. Rev. B*, **53**, 15545 (1995)
- [28] H. Yamasaki, K. Endo, S. Kosaka, M. Umeda, S. Yoshida and K. Kajimura, "Quasi-two-dimensional vortex glass transition observed in epitaxial $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ thin films", *Phys. Rev. B*, **50**, 12959 (1994)
- [29] A.M. Campbell and J.E. Evetts, "Flux vortices and transport currents in type II superconductors", *Adv. Phys.*, **50**, 1249 (2001)

6

Potenciales periódicos asimétricos y redes vórtice-antivórtice

6.1 Introducción

Tanto el efecto de rectificación de vórtices (*vortex ratchet*) causado por potenciales de anclaje asimétricos, como la coexistencia de redes de vórtice-antivórtice (V-AV) generadas por nanoestructuras magnéticas han sido objeto de gran interés en la última década [1]-[5].

En este capítulo se estudian nuevos efectos surgidos de combinar ambos fenómenos en una muestra con centros de anclaje de forma asimétrica y con anisotropía magnética fuera del plano. La muestra consiste en una red de triángulos de base 600 nm y altura 500 nm, que se encuentran dispuestos formando una red rectangular de 800 nm x 700 nm (Figura 6.1a,b). Sobre ellos se ha crecido una película de Nb superconductor de 100 nm de espesor. Los triángulos están fabricados de una multicapa de 40 repeticiones de Co [4 Å] / Pd [6 Å] que les confiere anisotropía perpendicular al plano [6]. El espesor de la capa Co y la presión de crecimiento han sido elegidas de tal manera que la imanación de saturación sea grande sin perder imanación de remanencia (Figura 6.1c), siguiendo el proceso detallado en los capítulos 2 y 3.

Como se verá, el intenso campo de fuga (*stray field*) creado por los triángulos dará lugar a varios pares vórtice-antivórtice que permitirá la observación del efecto *ratchet* para $H=0$. Aplicar un campo externo resultará, según la dirección, en la aniquilación de unos u otros, modificando las propiedades de transporte de la muestra y permitiendo que ésta funcione como sensor de campo.

Por otro lado, modificando el estado magnético de los triángulos es posible alterar totalmente tanto la respuesta a un campo aplicado, como la intensidad y signo del efecto *ratchet* para $H=0$. Esto supone una ventaja desde el punto de vista tecnológico, pues permite en ausencia de campo usar un dispositivo cuya respuesta eléctrica dependa de su historia magnética, haciendo este sistema candidato para usar como memoria.

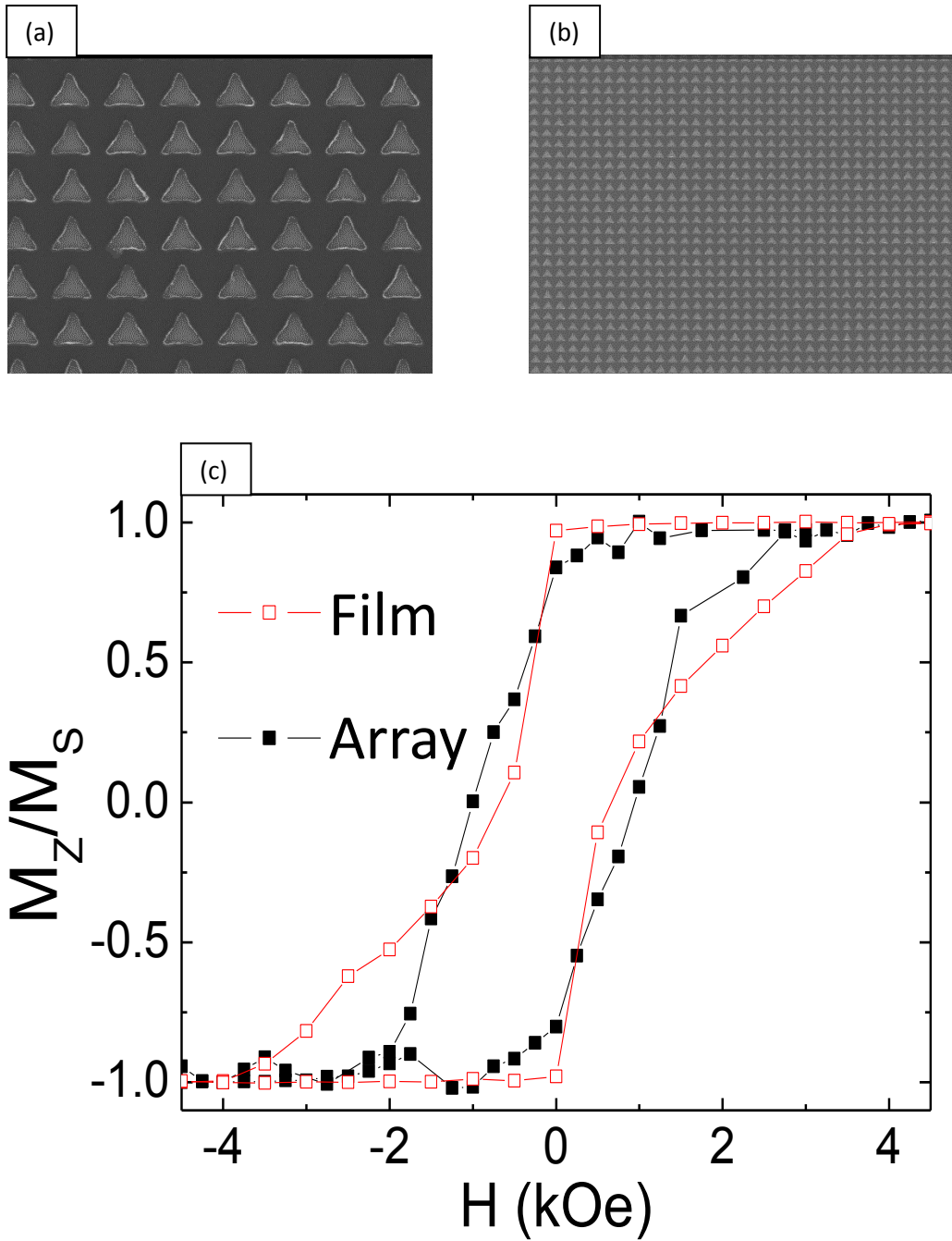


Figura 6.1. (a),(b) Imágenes SEM de la red de triángulos de Co/Pd. (c) Ciclos de histéresis obtenidos mediante SQUID para una película delgada y para una red de triángulos de Co/Pd para $T=5$ K

6.1.1 Efecto *ratchet*

En presencia de un potencial asimétrico, un grupo de partículas sometido a una fuerza externa alterna puede sufrir una rectificación en su movimiento, y tener un desplazamiento neto. La asimetría del potencial hace que la fuerza en un sentido sea menor que en el otro, facilitando el movimiento sólo hacia un lado (Figura 6.2). Éste fenómeno, conocido como *ratchet* está presente en numerosos sistemas físicos y biológicos [1]-[3], [7]-[11].

Son necesarios tres ingredientes para observar este efecto: potencial asimétrico, partículas y una fuerza alterna actuando sobre ellas. En sistemas superconductores ese papel lo juegan respectivamente: potenciales asimétricos de *pinning*, vórtices y una fuerza de Lorentz alterna generada por una corriente alterna.

La primera observación del efecto *ratchet* en superconductores fue realizada por Villegas *et al* [1] en una película de Nb crecida sobre un array de triángulos de Ni. Al aplicar una corriente alterna se produce un movimiento neto de vórtices debido al *ratchet*. Este movimiento neto se traduce en la aparición de una componente dc en la caída de potencial. En la Figura 6.3a se observa la aparición de esta componente dc en función de la corriente ac aplicada. Los puntos azules y rojos corresponden a la fuerza de Lorentz aplicada en la dirección base-punta de los triángulos. Los puntos negros en cambio corresponden a la fuerza actuando en la dirección de las bases de los triángulos. En esa dirección no hay asimetría, por lo que no se observa *ratchet*.

Este estudio suscitó numerosos trabajos en otros sistemas superconductores. Togawa *et al* [2] (Figura 6.3b) observaron *ratchet* en sistemas con centros de pinning simétricos, pero dispuestos de manera asimétrica. Resultados similares han sido observados por D.P. de Lara *et al* [12] y A. Gómez *et al* [13].

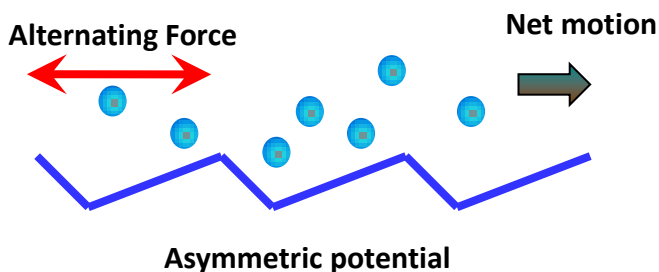


Figura 6.2. Efecto Ratchet esquematizado.

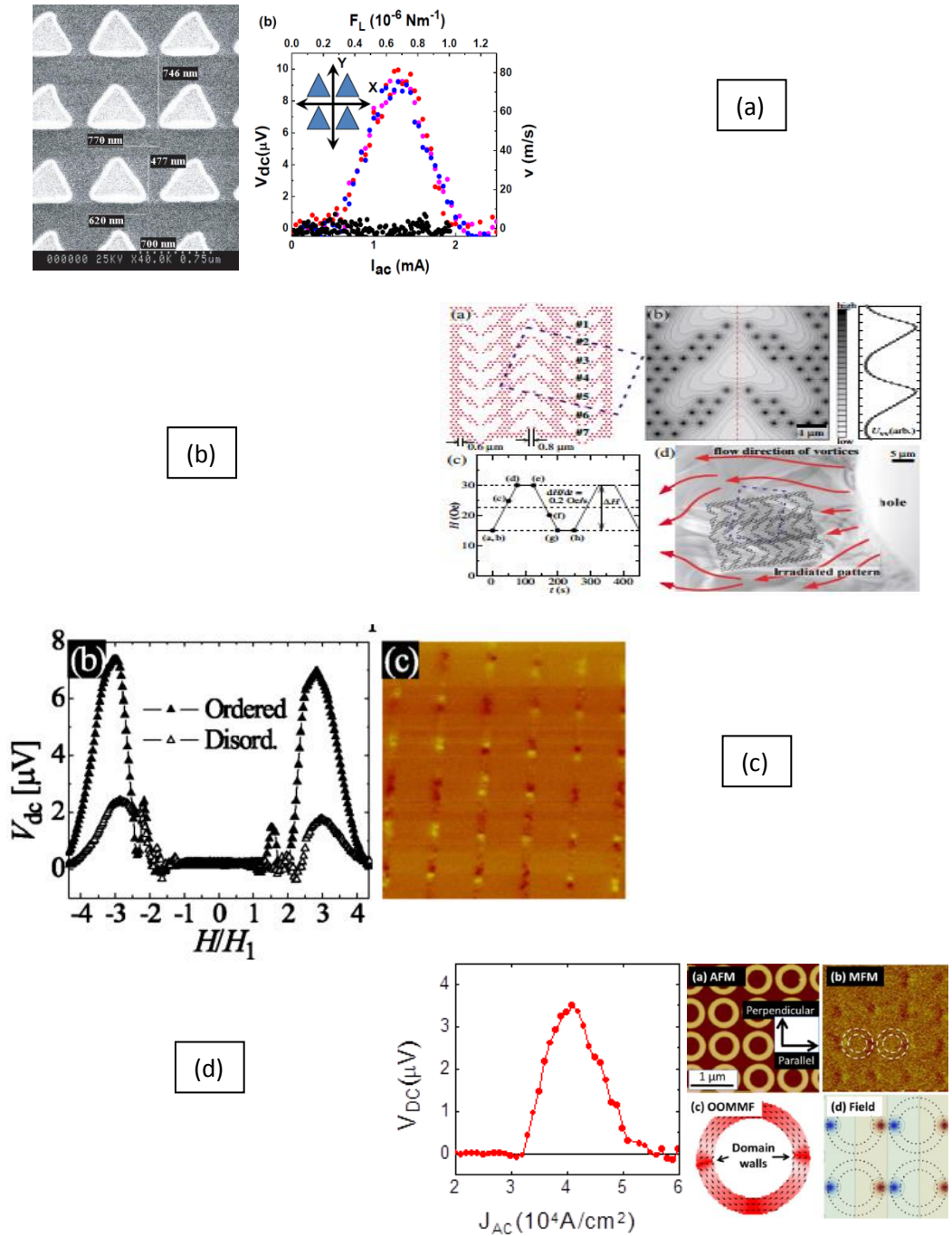


Figura 6.3. Efecto Ratchet en diversos sistemas superconductores: (a) Villegas *et al* [1], (b) Togawa *et al* [2], (c) de Souza Silva *et al* [3] y (d) Perez de Lara *et al* [14].

En los trabajos mencionados hasta ahora, el *ratchet* es generado por una asimetría en la geometría de los centros de anclaje o de su disposición, es *ratchet* esencialmente geométrico. Haciendo uso de materiales magnéticos es posible también generar potenciales de *pinning* asimétricos usando geometrías simétricas.

De Souza Silva *et al* [3] observaron *ratchet* en películas superconductoras sobre arrays de barras magnéticas muy próximas entre sí (Figura 6.3c). Al orientarlas en la misma dirección, el campo de fuga en la dirección fuera del plano cambia rápidamente de positivo a negativo entre el final de una barra y el inicio de la siguiente, y vuelve a cambiar de negativo a positivo, pero mucho más gradualmente, a lo largo de la longitud de la barra. Esto genera una asimetría en el potencial de *pinning*, en este caso de origen puramente magnético.

Similares resultados fueron observados por Pérez de Lara *et al* [14] usando anillos magnéticos: la distribución de la imanación de tipo “cebolla” (*onion*) genera un campo de fuga intenso y asimétrico [15].

Este compendio de trabajos es una muestra del gran interés que el *ratchet* ha despertado en la última década, tanto por la física “básica” que tiene detrás como por posibles aplicaciones. Uno de los principales inconvenientes para esto último es la necesidad de aplicar un campo magnético homogéneo y controlado a un hipotético dispositivo basado en *ratchet* de vórtices: sin campo no hay vórtices. Esta necesidad limita la versatilidad del sistema y dificulta su posible integración con otros componentes.

El sistema estudiado en este capítulo, consistente en centros de *pinning* asimétricos, pero con fuerte anisotropía magnética fuera del plano y capaces de crear pares V-AV incluso para $H=0$, ofrece una solución a este problema.

6.1.2 Superconductividad inducida por el campo

Otro tema de estudio de la física de vórtices muy activo en la última década es el efecto de los campos de fuga generados por nanoestructuras magnéticas.

La figura 6.4a muestra de manera esquemática el campo de fuga generado por nanoestructuras con imanación fuera del plano, dispuestas sobre una película superconductora. Se puede ver que el campo pasa de estar orientado hacia arriba, bajo las nanoestructuras; a apuntar hacia abajo entre ellas. Estos campos de fuga deprimen la superconductividad tanto debajo como entre las nanoestructuras.

La figura 6.4b muestra lo que ocurre al aplicar un campo externo en la dirección positiva: el campo total sobre las nanoestructuras se intensifica, pero entre ellas se cancela parcialmente. Para un determinado campo externo H_{Comp} , éste compensará totalmente el campo de fuga, y la superconductividad nucleará con mayor facilidad en esas zonas intersticiales (entre los triángulos), aumentado T_c .

Este efecto por el cual un campo magnético induce superconductividad fue observado inicialmente por Lange *et al* [4] (Figura 6.4c). Observaron como la transición superconductor de deja de estar centrada en $H=0$ y se desplaza hacia campos positivos o negativos, según la imanación de las nanoestructuras.

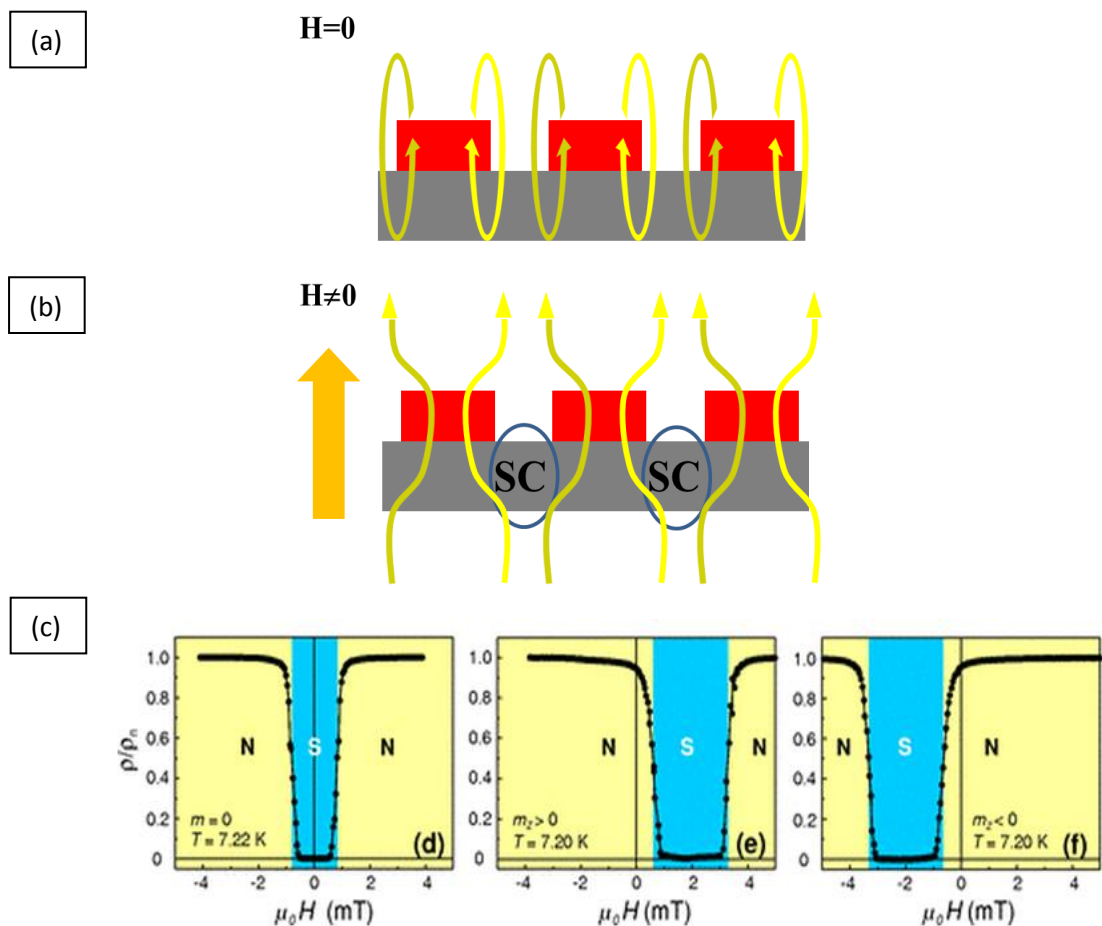


Figura 6.4.(a),(b) Representación esquemática de los campos de fuga generados por nanoestructuras magnéticas sobre una película superconductora.(c) Superconductividad inducida por el campo, M. Lange *et al* [4].

Este efecto de superconductividad inducida por el campo no es exclusivo de nanoestructuras magnéticas, sino que también pueden ser observada en bicapas superconductor/magnético [5], [16]. En esos casos es el stray field generado por las paredes de dominio el que permite ver este efecto.

Si el campo de fugas es suficientemente grande es posible que al superconductor ya no le salga energéticamente rentable seguir apantallándolo, y permite la creación de uno o varios pares Vórtice-Antivórtice para $H_{ext} = 0$ que rebajan la energía magnética. La existencia de estos pares V-AV ha sido observada de manera directa mediante microscopía Hall y mediante simulaciones numéricas de la ecuación de Ginzburg-Landau [17],[18].

6.2 Pares vórtice-antivórtice y propiedades de transporte

6.2.1 Propiedades de transporte

La figura 6.5a muestra R vs H con la muestra imanada fuera del plano en sentido positivo, empujando los vórtices en dos direcciones: base-punta y paralelo a la base. La distribución periódica de los triángulos se ve reflejada en un claro efecto de conmensurabilidad, con mínimos de resistencia equiespaciados 37 Oe, como corresponde a una red rectangular de lados 700 nm x 800 nm.

Como se puede observar, el mínimo de resistencia no está centrado en $H=0$, sino que se encuentra desplazado hacia valores positivos de campo, una cantidad además varias veces mayor que el campo de conmensurabilidad. Es decir, para contrarrestar el campo de fuga es necesario aplicar un campo externo equivalente a varios vórtices por celda unidad de la red.

Esto implica que para $H=0$ cada triángulo de Co/Pd genera varios pares V-AV. Los antivórtices en las zonas intersticiales, poco anclados, son la principal causa de disipación. A medida que el campo externo aumenta va aniquilando estos antivórtices,, hasta llegar al campo de compensación en el que todos los antivórtices han sido aniquilados.

El desplazamiento y el campo de conmensurabilidad no dependen de la dirección en la que se empujen lo vórtices, como era de esperar. Se observa sin embargo que la disipación es mucho mayor cuando los vórtices se mueven en la dirección base-punta. Esto es debido al intenso campo de fuga entre la punta de un triángulo y la base del siguiente como se verá más adelante.

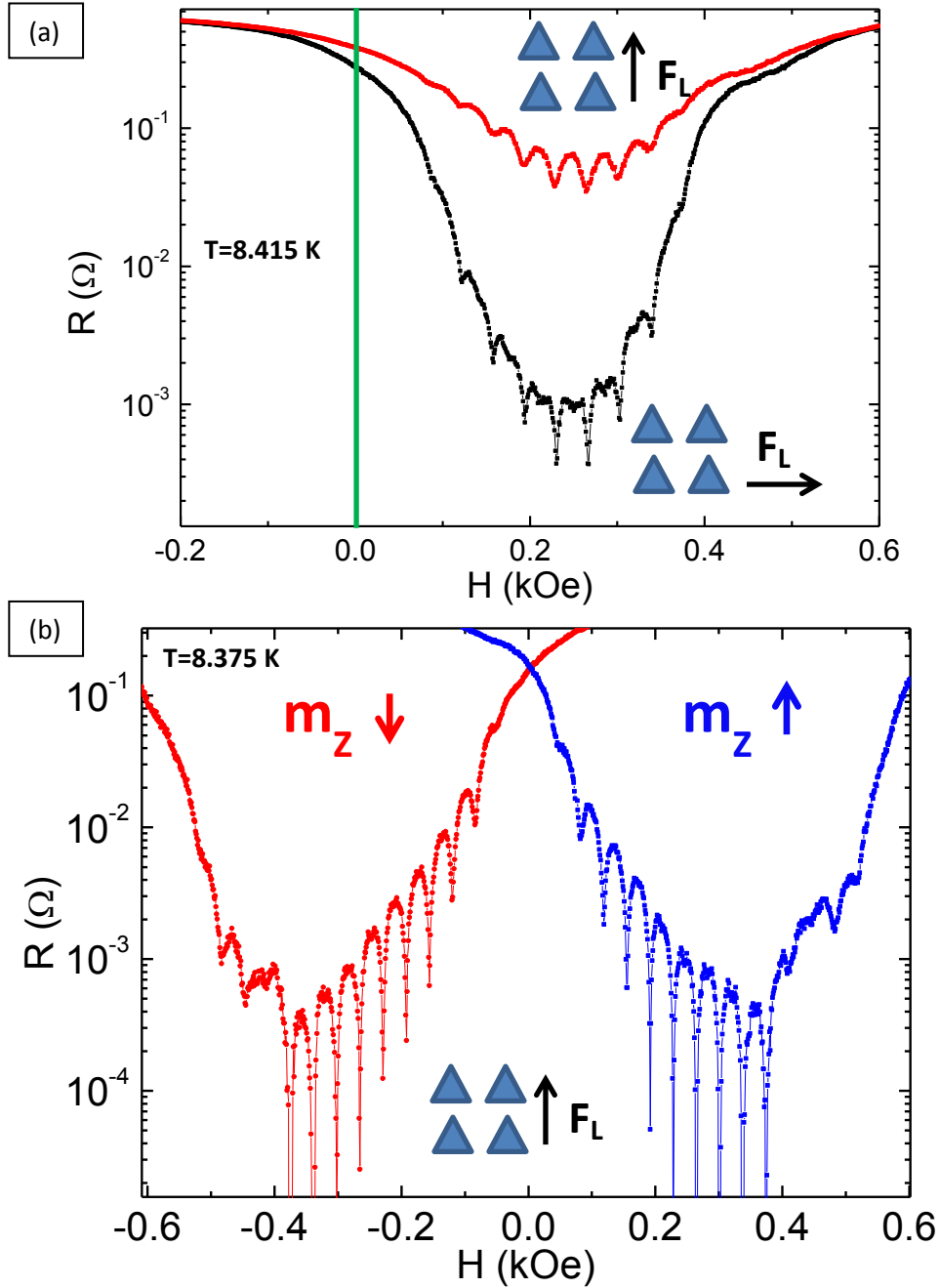


Figura 6.5.(a) R vs H para $T=8.415$ K e $I=1.5$ mA, con los triángulos saturados hacia en positivo, para los vórtices moviéndose en paralelo a las bases (negro) y de base a punta (rojo). (b) R vs H para $T=8.375$ e $I=1.5$ mA, empujando los vórtices en la dirección base punta con los triángulos saturados en positivo (azul) y negativo (rojo).

La figura 6.5b muestra de nuevo R vs H a otra temperatura y a lo largo de la dirección de mayor resistencia (que además es para la que se observa *ratchet*). En esta ocasión las dos curvas corresponden a los triángulos de Co/Pd saturados en positivo o en negativo.

Al invertir la imanación se invierte el campo de fuga en las zonas intersticiales, por lo que el campo externo de compensación se debe aplicar en la otra dirección. La física es la misma salvo por el cambio de signo, y el resultado es que ambas curvas son casi reflexión especular una de la otra, es decir, las propiedades del sistema no cambian al invertir simultáneamente \vec{M} y \vec{H} .

La figura 6.6 muestra R/R_N de la muestra como función de la temperatura y el campo aplicado. Los datos han sido obtenidos midiendo R vs T cada 4 Oe usando una corriente de 5 μ A paralela a las bases, buscando un compromiso entre usar la corriente más baja posible y tener una buena resolución de la evolución de la resistencia. De esta manera se puede ver la dependencia de $T_c(H)$.

Se puede observar que debido al efecto del campo de fuga la máxima T_c ha sido desplazada a $H_{comp} \approx 240$ Oe. Por debajo de este campo el campo de fuga no ha sido aún contrarrestado y por encima está sobrecompensado. Para este campo de compensación el flujo magnético externo a través de las zonas intersticiales será:

$$\phi_{interstitial} = \mu_0 H_{comp} \cdot (A_{unit\ cell} - A_{triangle}) = 4.7\phi_0$$

Por tanto es posible estimar que cada triángulo produce de 4 a 5 pares V-AV para $H=0$.

Ratchet para $H=0$:

La figura 6.7b muestra V_{DC} frente a I_{AC} a $T=8.43$ K y $H=0$. Se ve como en ausencia de campo externo, la señal dc es intensa y se da únicamente en la dirección en la que hay asimetría, cuando los vórtices son empujados de base a punta.

Tanto los vórtices encima de los triángulos como los antivórtices en las zonas intersticiales están sujetos a un potencial de *pinning* asimétrico generado por la geometría de los triángulos y el campo de fuga, por lo que es de esperar una contribución al efecto *ratchet* por parte de ambos.

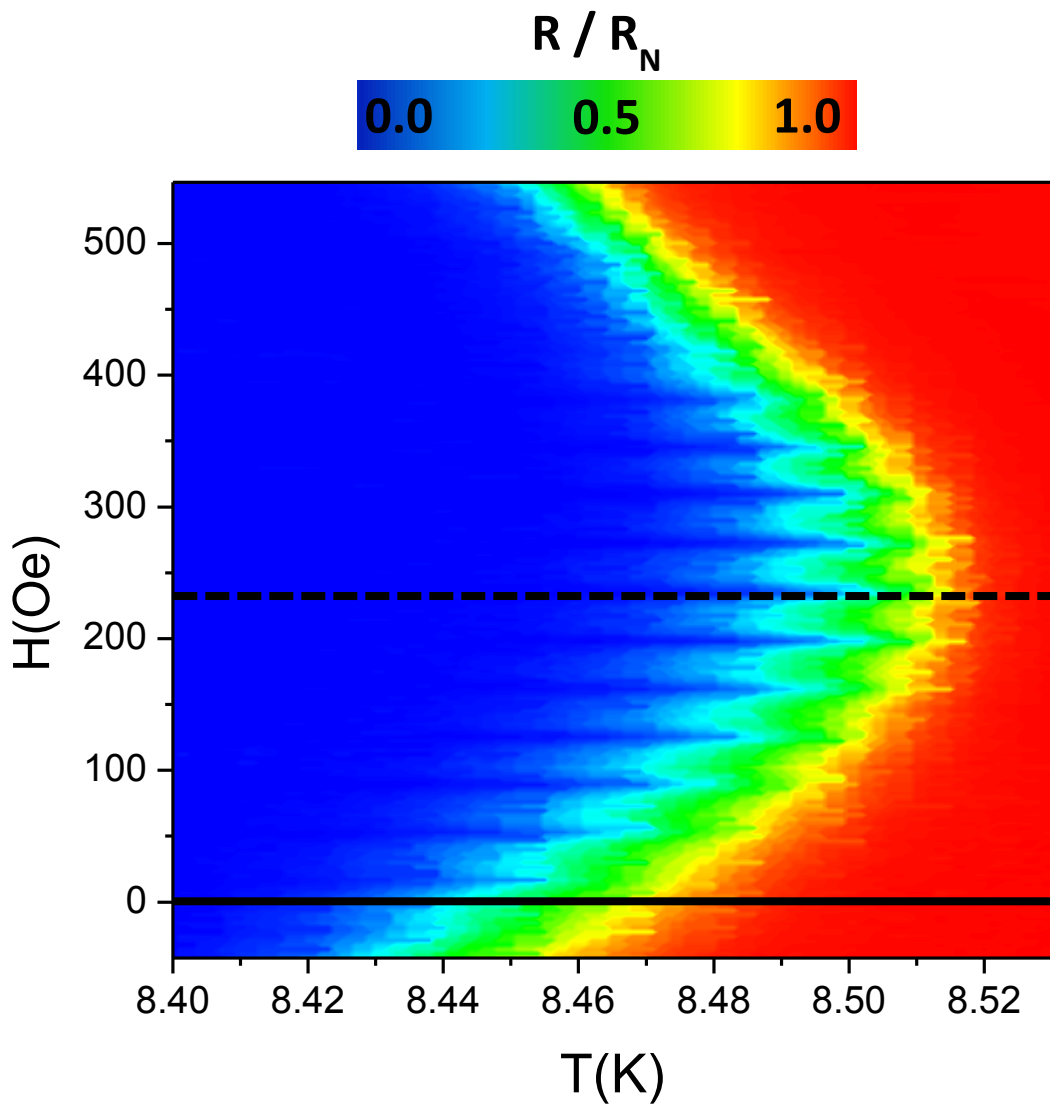


Figura 6.6. R/R_N como función de T y H . Medido con $I=5 \mu\text{A}$ y los vórtices moviéndose en paralelo a las bases de los triángulos.

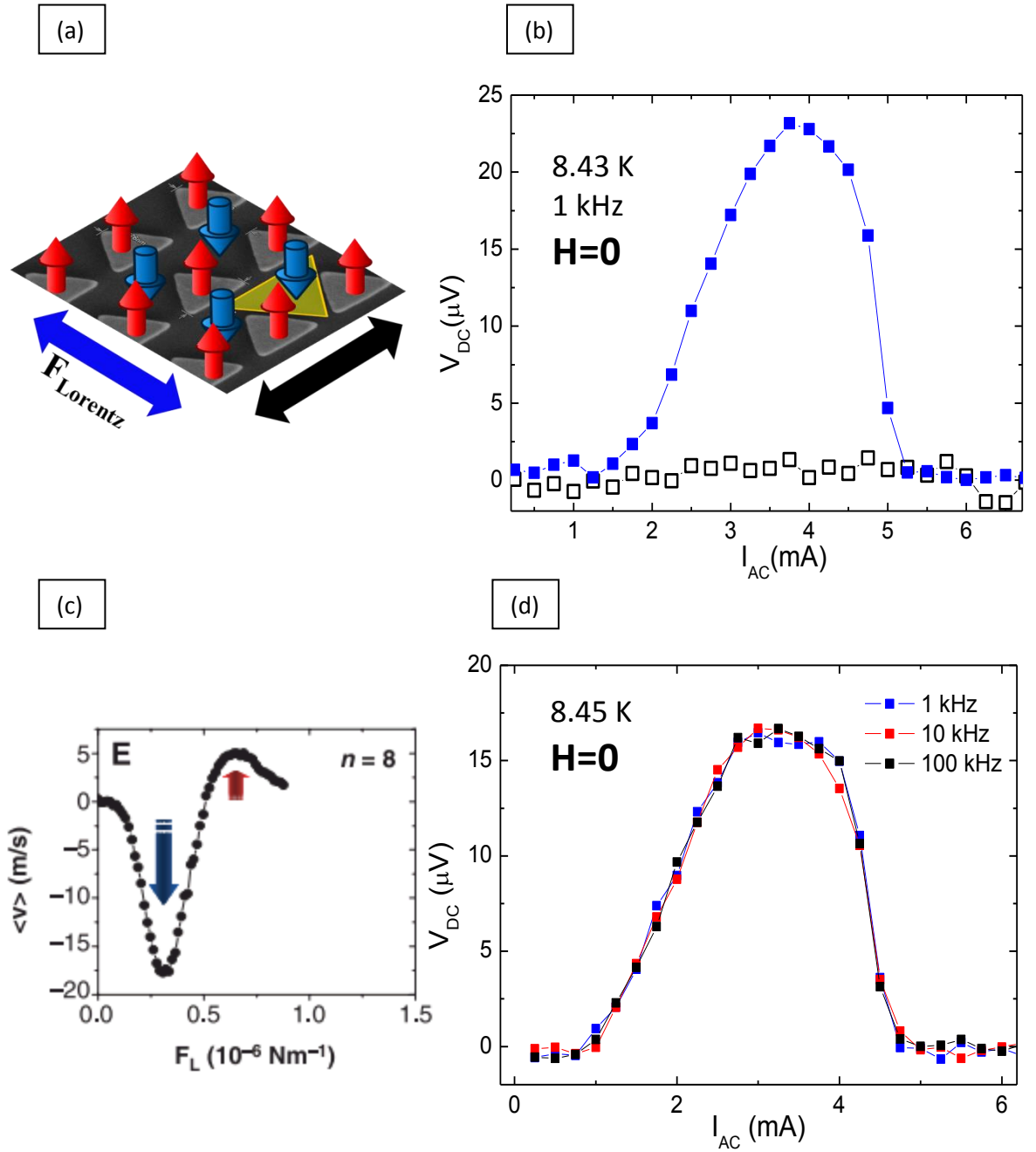


Figura 6.7. (a) Representación esquemática de la distribución de vórtices (rojo) y antivórtices (azul) en la muestra. El triángulo amarillo indica la forma del potencial asimétrico de *pinning* para los antivórtices. (b) V_{DC} vs I_{AC} para $H=0$ y $T=8.43\text{ K}$ a lo largo de la dirección base-punta (azul) y paralelo a las bases (negro). (c) Inversión de la polaridad del ratchet por la competencia entre vórtices intersticiales y anclados, del trabajo de Villegas *et al* [6]. (d) V_{DC} para $H=0$ y $T=8.45\text{ K}$ a distintas frecuencias

La rectificación, sin embargo, ocurrirá en direcciones opuestas, pues el potencial asimétrico que los antivórtices ven apuntará en la dirección opuesta a la que apuntan los triángulos (Figura 6.7a). En los trabajos de ratchet hasta ahora (en los que sólo había vórtices o antivórtices dependiendo del signo del campo), esto daba lugar a una inversión en la polaridad de la señal ratchet [1],[12],[14] (Figura 6.7c).

Los vórtices intersticiales se mueven a corrientes más bajas pues están menos anclados, dominando el efecto *ratchet* y dando lugar a un voltaje dc de signo negativo. Cuando la corriente es suficientemente alta como para desanclar los vórtices sobre los triángulos, estos pasan a dominar el *ratchet* y el voltaje dc cambia de signo pues sufren rectificación en la dirección opuesta.

En esta muestra, para $H=0$, este efecto no se puede observar pues aunque los vórtices sobre los triángulos sean rectificados en la dirección opuesta que los antivórtices, el campo a través de ellos también apunta en la dirección opuesta. Siendo \vec{v}_{dc} la velocidad neta de los vórtices y \vec{B} el campo en su interior se tiene que:

$$\vec{E}_{DC} = \vec{B} \times \vec{v}_{dc}$$

Por tanto una inversión simultánea de \vec{v}_{dc} y \vec{B} deja igual el signo de \vec{E}_{DC} , y en este sistema la inversión de polaridad no se dará, al menos para $H=0$.

En la figura 6.7d se muestra el *ratchet* para distintas frecuencias de la corriente ac. Se observa que la señal es independiente de la frecuencia [1],[19]. Los voltajes ac, en el orden de mV corresponden a velocidades de varias decenas de m/s. Para la frecuencia más alta medida (100 kHz), el semiperiodo es de $5 \cdot 10^{-6}$ s, por lo que la amplitud de la oscilación será del orden de decenas de micras, varias veces el parámetro de red. Sería necesario irse a frecuencias al menos un orden de magnitud mayor para que las oscilaciones fuesen del orden de los triángulos y la dependencia con la frecuencia importante [20]. Desafortunadamente los equipos disponibles no permiten estudiar ese rango en el que, presumiblemente, la intensidad del ratchet disminuiría rápidamente.

6.2.2 Campo de fuga y pares V-AV

La figura 6.1c muestra el ciclo de histéresis fuera del plano de la película delgada y los triángulos de Co/Pd a 8 K. Se observa como en remanencia, la imanación fuera del plano es de entorno a 0.85 Ms.

La figura 6.8a muestra una imagen de MFM a temperatura ambiente tras haber saturado los triángulos hacia arriba. Se observa como en las puntas de algunos de

los triángulos, donde el campo de fuga es más intenso, ha nucleado un dominio en la dirección opuesta. Esto no ocurre en todos los triángulos sino que lo hace sólo en algunos y su distribución es aleatoria. Aunque este efecto será menor a 8 K, puede explicar que la imanación fuera del plano en remanencia no sea del 100%.

Aún así, en remanencia, la mayoría de los triángulos están totalmente imanados perpendicularmente. Para comprender los resultados expuestos en la sección anterior, se realizó un cálculo del campo de fuga creado por una red de triángulos perpendicularmente.

Para ello, mediante un código en *Python* se discretizó el volumen en cubos de volumen $V=10^3 \text{ nm}^3$, y el campo creado por cada uno de estos dominios calculado según la fórmula del campo generado por un dipolo magnético \vec{m} situado en el origen:

$$\vec{B}(\vec{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \left(\frac{3\vec{r}(\vec{m} \cdot \vec{r})}{r^5} - \frac{\vec{m}}{r^3} \right)$$

Se ha usado:

$$\vec{m} = (M_S \cdot V) \hat{z} = (0.4 \cdot M_{S,\text{Cobalto}} \cdot V) \hat{z}$$

Los campos creados por todos los cubos se han sumado para hallar el campo de fuga total. La figura 6.8b muestra el resultado para una altura $z=50 \text{ nm}$, en la mitad de la película de Nb: $\vec{B}(x, y, z = 50 \text{ nm})$.

El campo es muy alto encima del triángulo. Haciendo el sumatorio del campo a todo el área sobre un triángulo se puede estimar el flujo magnético que sale a través de él (que es igual al que se mete por las zonas intersticiales), obteniendo:

$$\phi_{\text{triangulo}} = -\phi_{\text{interstitial}} = 5.2 \phi_0$$

Muy cercano al valor observado experimentalmente. Por otro lado, el campo de fuga en las zonas intersticiales es negativo y más intenso cerca de los laterales del triángulo, con valores superiores a -250 Oe. Este efecto puede observarse en la imagen de MFM de la figura 6.8, donde se observa un contraste negro en los laterales de los triángulos, y que explica por qué los dominios inversos comienzan a nuclear por ahí. Según el cálculo realizado es entre la base de un triángulo y la punta del siguiente donde el campo de fuga es más intenso, de hasta -350 Oe.

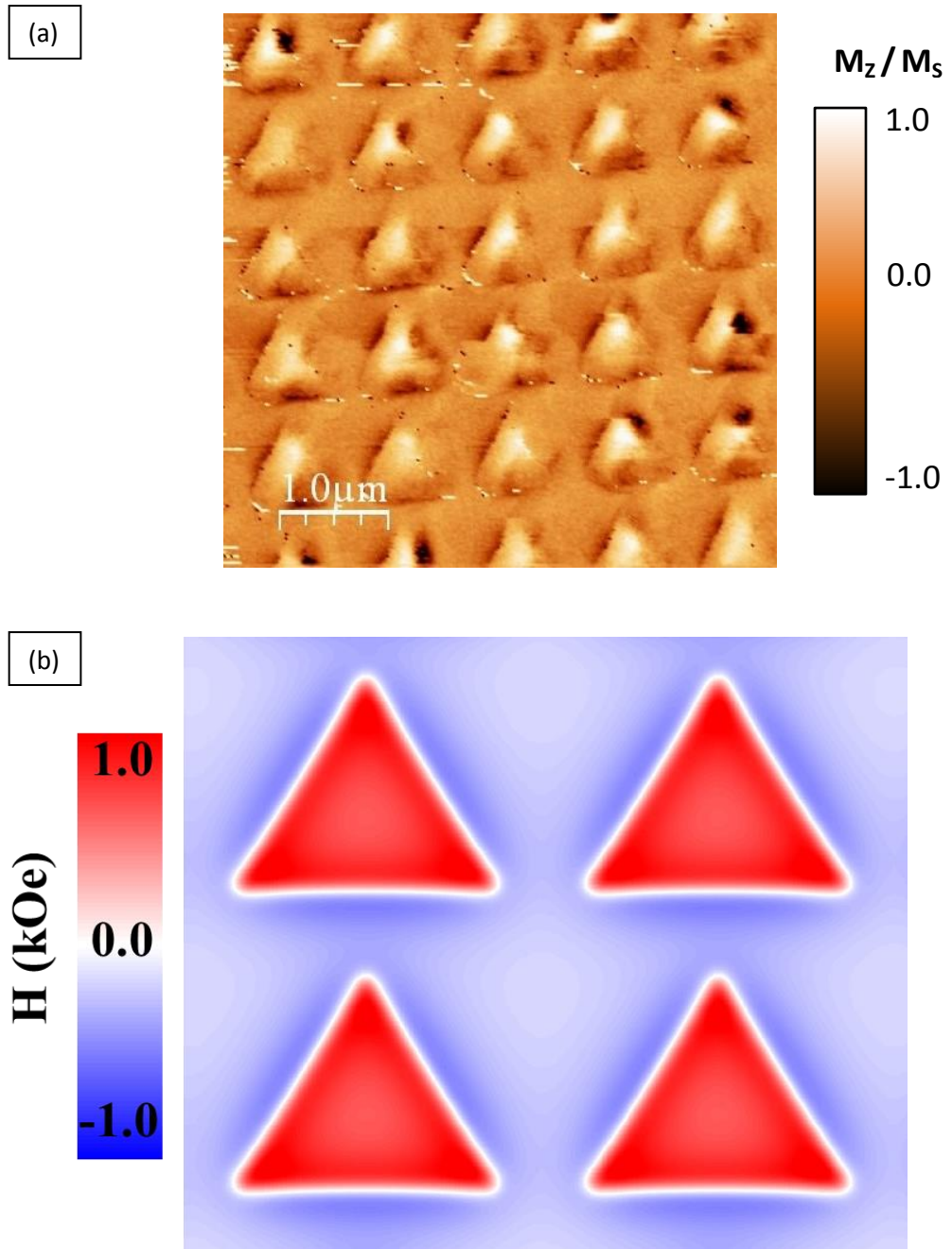


Figura 6.8. (a) Imagen de MFM del array de triángulos en remanencia tras saturarlos fuera del plano. (b) Cálculo del campo de fuga generado por una red de triángulos saturados fuera del plano.

Esta zona constituirá por tanto un potente centro de anclaje para los antivórtices, dificultando el movimiento en paralelo a las bases. Esto explica la menor disipación cuando son empujados en esa dirección (Figura 6.5a).

El campo promedio en el interior de un vórtice viene dado por:

$$B_{Promedio} \approx \phi_0 / \pi \lambda^2$$

Para un valor razonable cerca de T_c de $\lambda = 300 \text{ nm}$ (ver capítulo 2) se tiene que $B_{Promedio} \approx 295 \text{ Oe}$.

Es decir, el campo de fuga en las zonas intersticiales (250-350 Oe) es comparable al de un vórtice, justificando que sin campo externo aplicado se formen pares V-AV de manera espontánea.

6.3 Dependencia del *ratchet* con H: aplicación como sensor de campo

En esta sección se presenta la dependencia del efecto *ratchet* con el campo externo aplicado, siempre con los triángulos saturados en la dirección positiva.

En la figura 6.9 se observa la evolución de este efecto de $H=0$ hasta $H=H_{comp}$. Al aumentar el campo, éste contrarresta el campo de fuga en las zonas intersticiales, aniquilando antivórtices. Como consecuencia, el *ratchet* se hace cada vez menor hasta desaparecer para $H=H_{comp}$, cuando no quedan antivórtices entre los triángulos. La figura 6.9h muestra el campo H total sobre la película superconductora ($H_{total} = H + H_{Campo \text{ de Fuga}}$) para $H_{ext} = H_{comp} = 240 \text{ Oe}$. El campo externo ha compensado el de fugas de tal manera que en las zonas intersticiales $H \approx 0$. De estos datos se desprende que el *ratchet* observado se debe únicamente al movimiento de los antivórtices.

El flujo que sale por cada uno de los triángulos para $H = H_{comp}$ es $\phi \approx 7 \phi_0$, por lo que en principio, sobre ellos debería haber una gran cantidad de vórtices que permitan observar *ratchet*.

Según la figura 6.8b, aún sin campo externo aplicado, el campo de fuga mínimo sobre los triángulos es 670 Oe, y se da en su centro. Este campo está marcado con una línea discontinua en la figura 6.10a, que muestra H_{c2} vs T para una película plana de Nb, usada como muestra de referencia. Se observa como el campo de fuga es mayor que H_{c2} para temperaturas superiores a $0.975 T_c$.

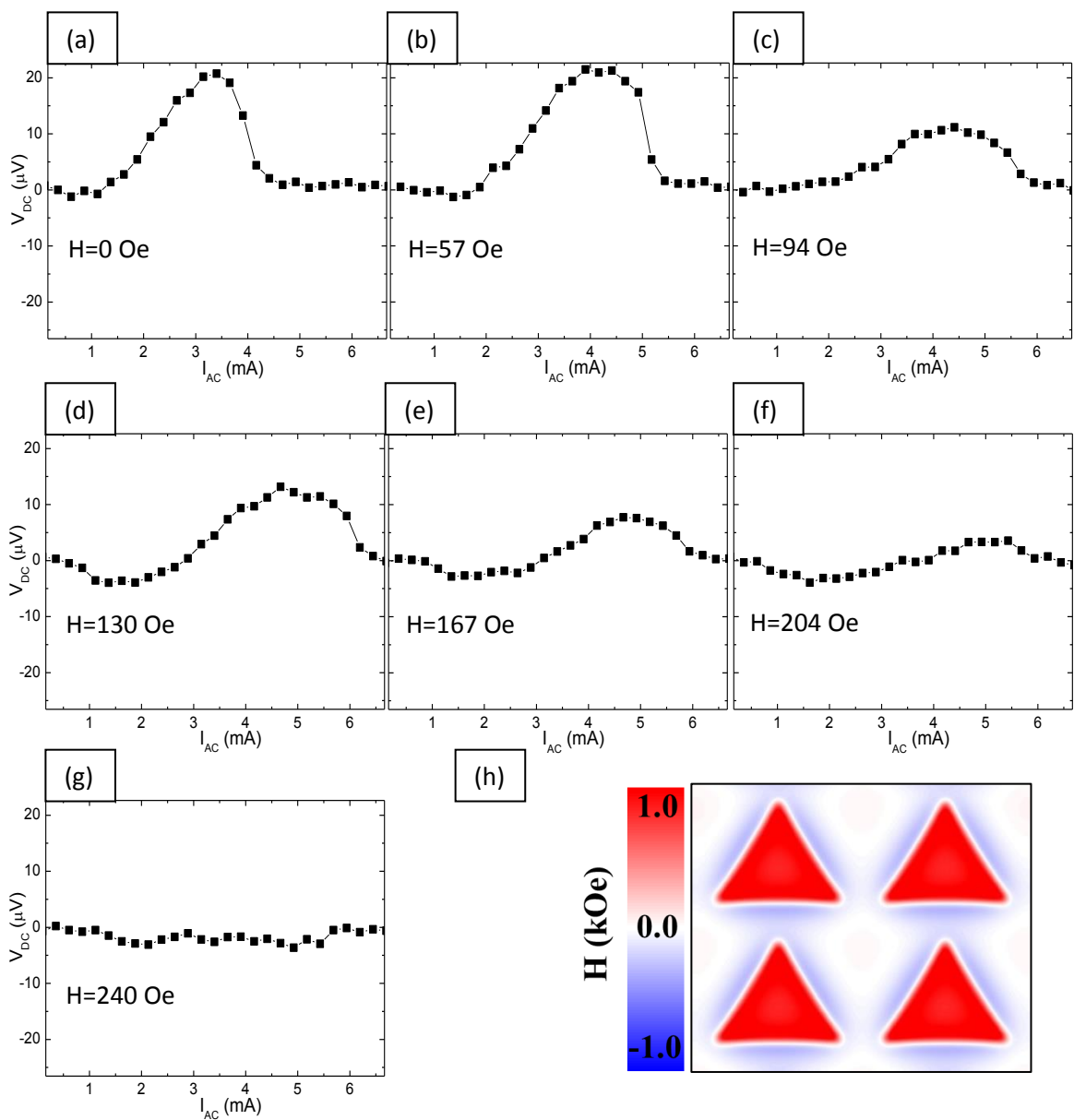


Figura 6.9. (a)-(g) V_{DC} vs I_{AC} desde $H=0$ hasta $H_{comp} = 240$ Oe para $T=8.45$ K (h) Campo total generado por una red de triángulos saturados fuera del plano en presencia de un campo externo $H=H_{comp}$.

Aunque debido a sus dimensiones mesoscópicas no se pueda considerar el Nb sobre los triángulos como una película plana, la observación anterior muestra que probablemente no sean vórtices individuales lo que se formarán, sino vórtices multi-cuantizados (con $\phi = n \cdot \phi_0, n = 2, 3, \dots$). Es incluso posible que sobre los triángulos la superconductividad esté destruida, constituyendo un "agujero" en la película de Nb por el que entren varios cuantos de flujo. Ésta última posibilidad es más probable al introducir un campo externo: para $H = H_{comp}$ el campo total ($H_{total} = H + H_{Campo\ de\ Fuga}$) sobre estas zonas es cercano o superior a 1 kOe.

Únicamente mediante una técnica de observación directa (STM, microscopía Hall, SQUID *on tip*) [17], o con simulaciones de la ecuación de Ginzburg-Landau [18] sería posible discernir en cuál de las situaciones se encuentra el sistema.

De cualquier manera, las medidas dejan patentes que el flujo contenido en los triángulos está muy fuertemente anclado por el intenso campo de fugas. No sólo eso, el campo de fugas en el perímetro de los triángulos también es intenso pero apunta en sentido opuesto (*antipinning*), dificultando aún más la salida de este flujo. La corriente de desanclaje puede volverse comparable a la corriente crítica superconductora, evitando que estos vórtices experimenten ratchet. Los antivórtices de las zonas intersticiales no encuentran barreras tan fuertes que eviten su movimiento y dominan totalmente el efecto.

Es posible que al disminuir la temperatura por debajo de $0.975\ T_c$ (8.27 K) comiencen a observarse efectos de *ratchet* provenientes de los vórtices sobre los triángulos. Desafortunadamente, debido a la gran cantidad de defectos intrínsecos del Nb, la corriente crítica aumenta muy rápidamente al alejarse de T_c y es preciso usar corrientes demasiado altas para observar el ratchet. Los efectos de calentamiento descontrolan la temperatura, que ha de ser estable en un rango tan pequeño de medida, haciendo la medida imposible.

La figura 6.10b muestra el campo H_{total} para $H=387\ Oe$, por encima del campo de compensación. En las zonas intersticiales, el campo total apunta hacia arriba, por lo que en ellas ya no se formarán antivórtices, sino vórtices. Puesto que la asimetría del potencial se mantiene igual, serán rectificadores en la misma dirección que lo hacía los antivórtices. Sin embargo, puesto que su campo magnético apunta hacia arriba, y dado que $\vec{E}_{DC} = \vec{B} \times \vec{v}_{dc}$, la polaridad del voltaje dc se invertirá, pasando la señal a ser negativa

Esto puede observarse en la figura 6.10 (c)-(f).

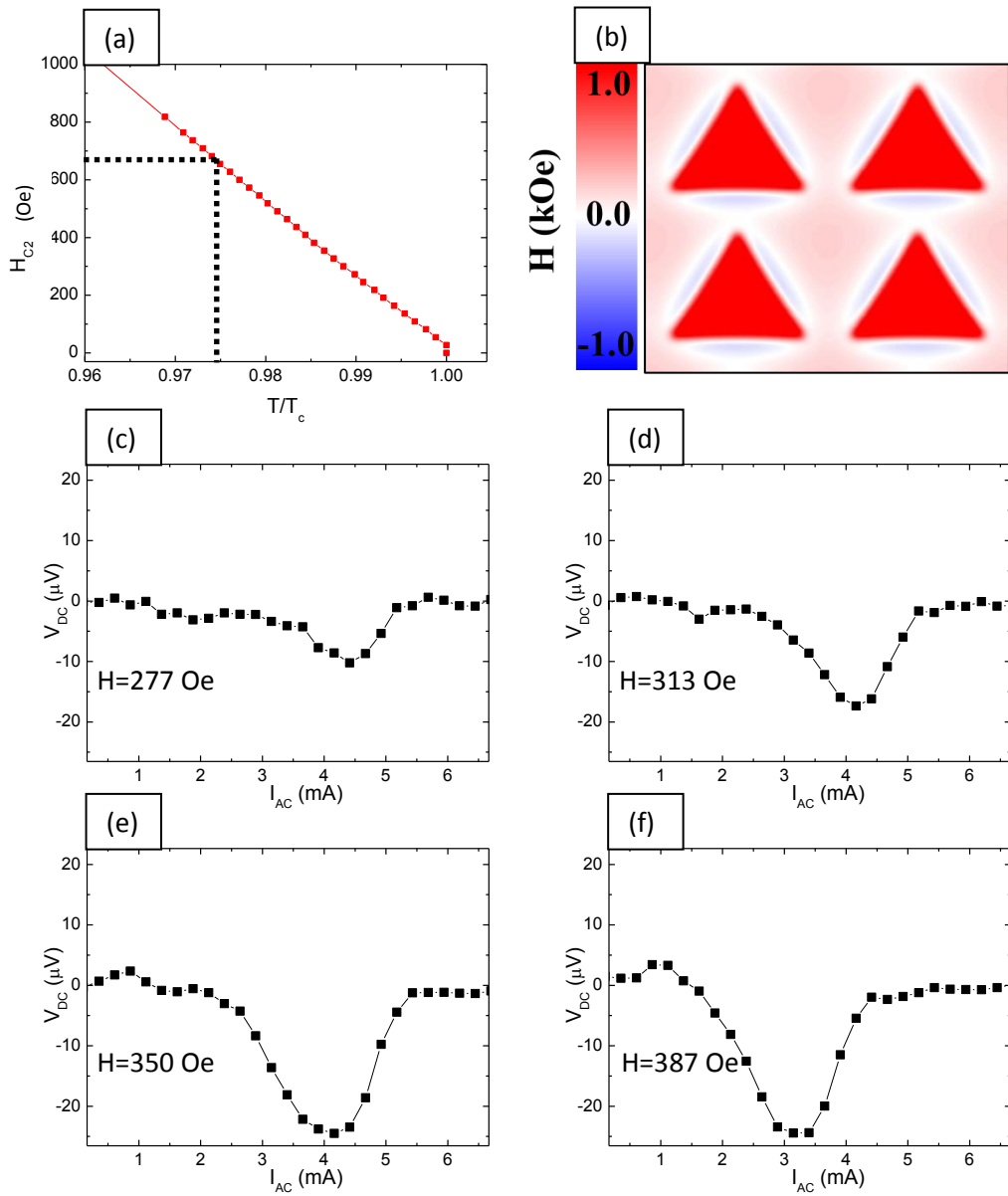


Figura 6.10. (a) Campo crítico frente a T/T_c en una película de Nb de referencia. (b) Campo total para un campo externo aplicado $H=387$ Oe. (c)-(f) Efecto *ratchet* para varios campos por encima de H_{comp} .

Por tanto se pasa de tener un ratchet de antivórtices con signo positivo para $H < H_{comp}$ a tener ratchet de vórtices con signo negativo para $H > H_{comp}$. La figura 6.11 muestra el máximo voltaje rectificado para cada campo medido y una representación esquemática de las situaciones por debajo y encima del campo de compensación.

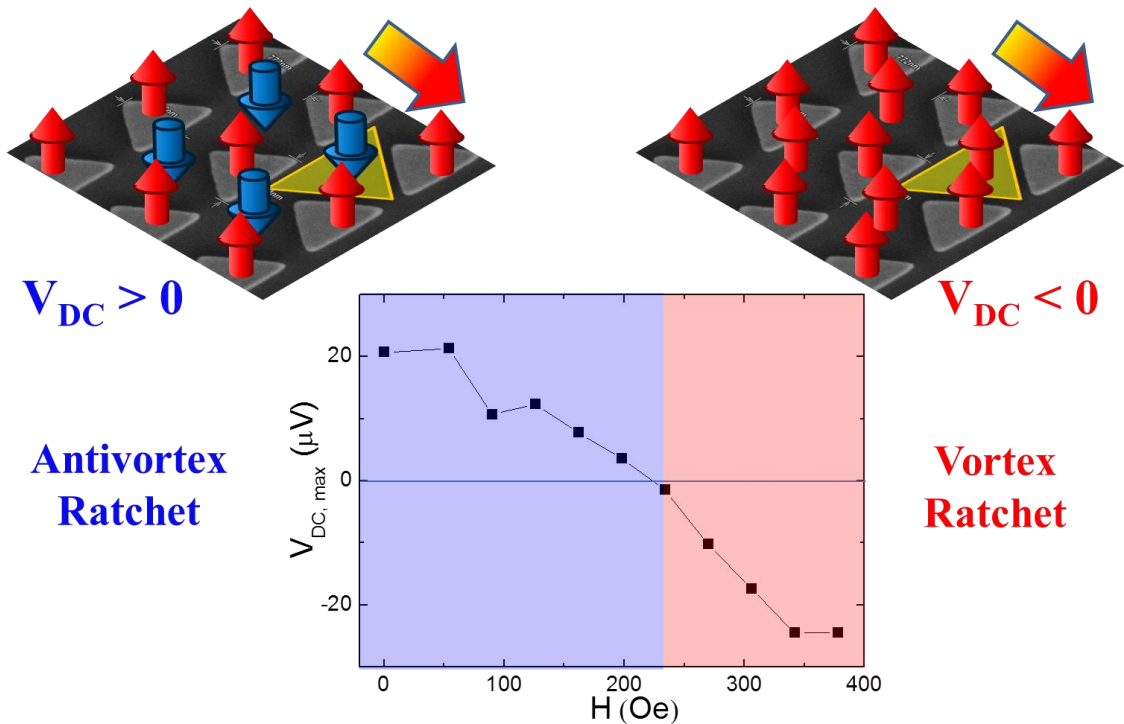


Figura 6.11. Máximo voltaje dc vs H y representación esquemática de las situaciones por encima y debajo del campo de compensación.

Se observa que el voltaje dc varía casi linealmente con el campo. Esto contrasta con las dependencias no lineales encontradas frecuentemente en las propiedades de transporte en sistemas superconductores, lo que le hace candidato como sensor de campo magnético en aplicaciones de baja temperatura. Si bien el rango de medida y la señal de salida no son muy grandes, éstos pueden variarse y optimizarse cambiando la geometría de la red o usando por ejemplo, un superconductor amorfo con poco pinning intrínseco.

6.4 Dependencia del *ratchet* y el efecto de conmensurabilidad con el estado magnético: aplicación como memoria de 3 estados.

Los resultados hasta ahora mostrados corresponden a los triángulos imanados en positivo tras haberlos saturado. En esta sección se muestra el efecto que invertir la imanación o desimanarlos tiene en las propiedades de transporte de la muestra.

6.4.1 Dependencia del *ratchet* con el estado magnético

La figura 6.12 muestra el *ratchet* para $H=0$ en tres situaciones distintas: triángulos en remanencia tras saturarlos hacia arriba, tras saturarlos hacia abajo y desimanados. El estado desimanado se obtuvo realizando múltiples ciclos menores de amplitud decreciente. El *ratchet* muestra un comportamiento muy simétrico en las situaciones de saturación, independientemente del signo de esta, en la línea de lo ya expuesto anteriormente

Al saturarlos negativamente, el campo de fugas se invierte y los antivórtices intersticiales invierten su campo. Puesto que la simetría del potencial los rectificará a ambos en la misma dirección, y puesto que $\vec{E}_{DC} = \vec{B} \times \vec{v}_{dc}$, el voltaje dc cambia de signo al invertir la imanación de los triángulos. Así pues, este sistema superconductor/magnético no solo permite obtener *ratchet* para $H=0$, sino que el signo de éste es controlable mediante su estado magnético.

La figura 6.13 muestra una imagen de MFM a temperatura ambiente de los triángulos tras haber sido sometidos a un ciclo desimanador. Se puede observar que el número de dominios en los que se parten los triángulos oscila aleatoriamente y su orientación también. Esto reduce el campo de fuga en las zonas intersticiales y rompe la asimetría periódica del potencial de *pinning* que permite la observación del efecto *ratchet*. Como consecuencia no se observa un voltaje dc para $H=0$.

A fin de controlar no sólo el signo, sino también la intensidad del *ratchet* para $H=0$, se ha medido el *ratchet* en estados intermedios de remanencia. El proceso usado está esquematizado en la figura 6.14a: partiendo del estado desimanado, se aplica un campo H_1 y se retorna a $H=0$, aumentando la imanación de remanencia de $M=0$ a $M=M_{R1}$. A continuación se vuelve a aplicar campo, en esta ocasión a $H_2>H_1$. Tras volver a $H=0$ los triángulos quedan con una imanación M_{R2} . Se ha procedido así hasta llegar a $H_N>H_{\text{saturación}}$ momento en el que los triángulos tienen su imanación de remanencia máxima (85% M_s).

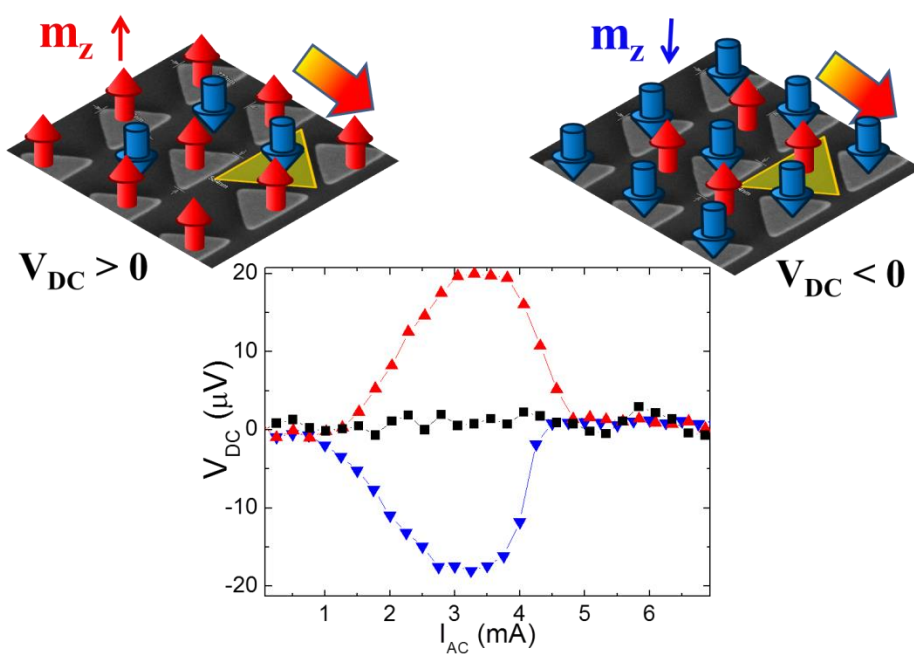


Figura 6.12. Ratchet para $H=0$ y $T=8.45$ K para 3 estados magnéticos de los triángulos: saturados hacia arriba (rojo), saturados hacia abajo (azul) y desimanados (negro).

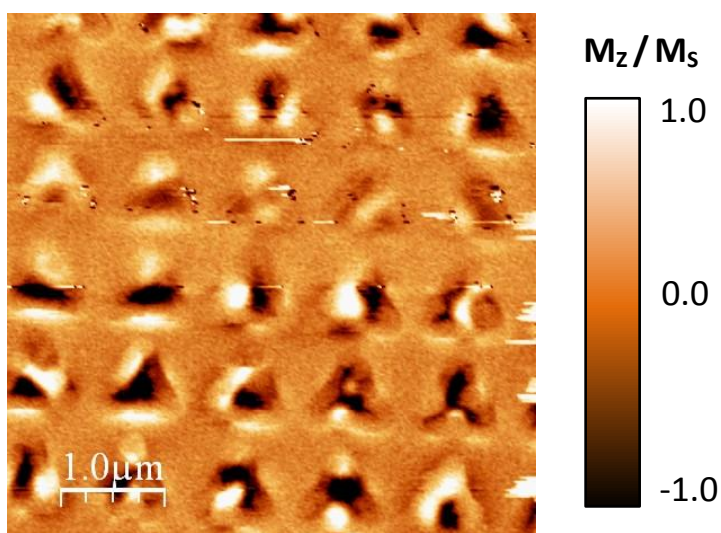


Figura 6.13. MFM a temperatura ambiente de los triángulos tras haber sido desimanados.

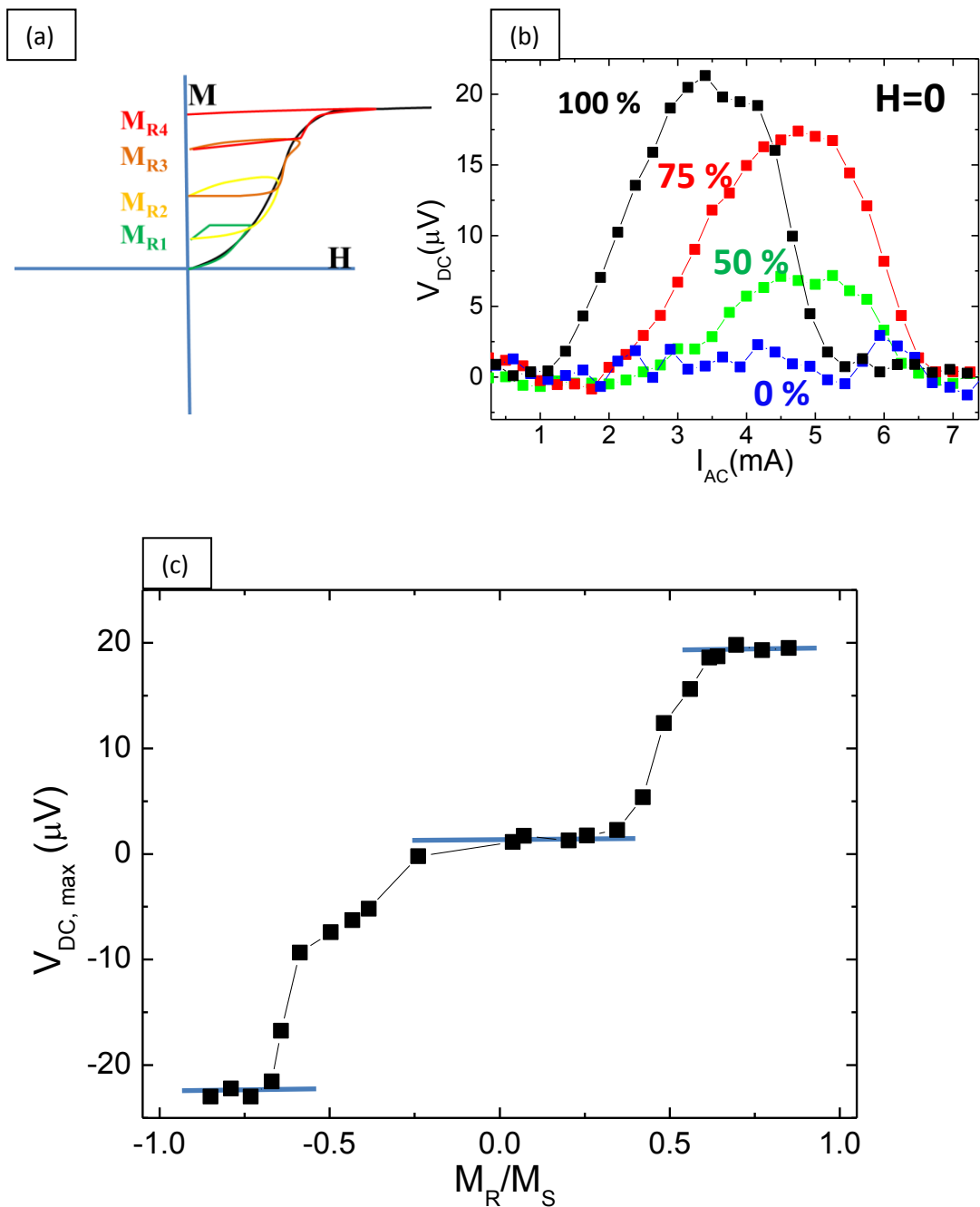


Figura 6.14.(a) Proceso seguido para obtener estados de remanencia intermedios en los triángulos. (b) Voltaje rectificado para $H=0$ y $T=8.45$ K para distintos valores de imanación de remanencia (respecto a la remanencia máxima). (c) Máximo valor del voltaje rectificado para $H=0$ y $T=8.45$ K en función de la imanación de remanencia.

La figura 6.14b muestra el voltaje rectificado para estos estados intermedios de remanencia. La intensidad del *ratchet* decrece monótonamente al aproximarse al estado totalmente desimanado, por lo que no sólo es posible controlar el signo sino también la intensidad del voltaje dc para $H=0$.

Se han preparado numerosos estados de remanencia intermedios, medido el efecto *ratchet* y posteriormente caracterizado el valor de M_R usando un SQUID. El resultado se presenta en la figura 6.14c, en la que se presenta el voltaje dc máximo para $H=0$ como función de la remanencia de los triángulos. La intensidad y signo del efecto se pueden variar de manera continua controlando la historia magnética.

Destaca la rápida disminución del *ratchet* cuando M_R/M_S es menor de 0.6. Este descenso brusco podría ser atribuido a que la mayoría de triángulos ya presentan dominios invertidos que rompen la asimetría periódica. Este brusco descenso hace que para valores bajos se observe un “plateau” centrado en torno al 0.

Esta característica define tres niveles (marcados por líneas azules en la figura 6.14c) para los cuales pequeñas desviaciones del estado magnético no se verán reflejadas en exceso en la intensidad del efecto *ratchet*.

Esta estabilidad hace candidato al sistema para funcionar como memoria de tres estados: 1, 0 y -1. Sería una memoria de escritura magnética y de lectura eléctrica, estable a pequeñas perturbaciones del estado magnético, duradera e incluso resistente al ciclado en temperatura, pues se ha comprobado que la muestra continua en el mismo estado tras meses almacenada a temperatura ambiente.

6.4.2 Orden y efecto de conmensurabilidad

Las figuras 6.15a,b muestran las imágenes de MFM de los triángulos saturados hacia arriba y desimanados respectivamente, mientras que 6.15c,d muestran las transformadas de Fourier de las imágenes anteriores. Se puede observar como la periodicidad de la muestra saturada se pierde totalmente en la muestra desimanada. Su transformada de Fourier muestra un halo amorfo.

Los campos de fugas se distribuirán por tanto de manera aleatoria, y lo mismo harán los potenciales de *pinning* asociados. La consecuencia de esto en las propiedades de transporte queda patente al comparar las figuras 6.15e y 6.15f, correspondientes a R vs H con los triángulos saturados y desimanados. Ambas curvas han sido medidas a las mismas temperaturas y corrientes.

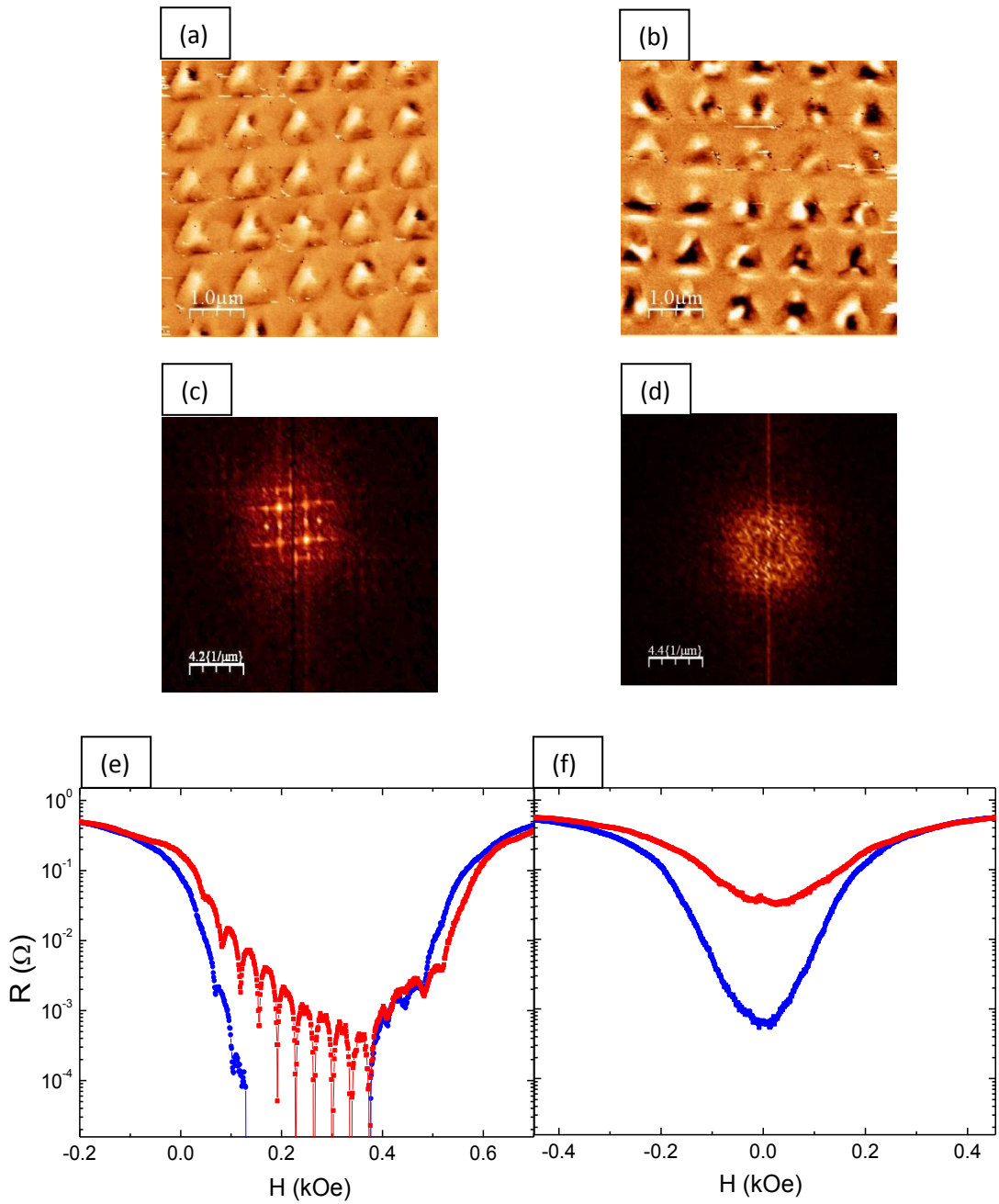


Figura 6.15. (a), (b) Imágenes de MFM de la red de triángulos en remanencia tras saturarlos y desimanados, respectivamente. (c), (d) Transformadas de Fourier de las imágenes (a) y (b) respectivamente. (e), (f) R vs H para $T=8.45$, $I = 1.5$ mA y moviendo los vórtices paralelo a las bases (azul) y de base a punta (rojo), para los triángulos saturados y desimanados respectivamente

A consecuencia de la aleatoriedad de los campos de fuga para el caso desimanado, el orden ha sido destruido y no hay rastro del efecto de conmensurabilidad, muy marcado en el caso de triángulos saturados.

Además de los diversos efectos de *ratchet* presentados, este sistema tiene la capacidad de “encender” o “apagar” el efecto de conmensurabilidad según su historia magnética.

6.5 Conclusiones

- Se ha fabricado una muestra de centros de *pinning* asimétricos (triángulos) de un material con fuerte anisotropía magnética fuera del plano (Co/Pd), con el fin de estudiar la interacción entre redes V-AV y potenciales de *ratchet*.
- Las propiedades de transporte y el diagrama de fases muestran un desplazamiento de la transición superconductora a campos más altos, indicando un intenso campo de fuga causado por las nanoestructuras.
- Tanto los datos experimentales como el valor obtenido en un cálculo del campo de fugas indican que cada triángulo produce 4-5 pares V-AV.
- Esto ha permitido observar *ratchet* para $H=0$ en el que únicamente intervienen los antivórtices en las posiciones intersticiales.
- El valor del voltaje dc es reversible por encima del campo de compensación, al pasar de rectificar antivórtices a vórtices. La respuesta lineal con H sugieren un posible uso de sistemas similares en aplicaciones de señor de campo.
- Para $H=0$, la intensidad y polaridad del *ratchet* son controlables ajustando la imanación de remanencia. La forma de la curva $V_{DC, \max}$ en función de M_R/M_S permitiría su aplicación como memoria de 3 estados.
- El efecto de conmensurabilidad desaparece al desimanar la muestra. La aleatoriedad en la formación de los dominios es la causa subyacente.

Referencias

- [1] J.E. Villegas, S. Savel'ev, F. Nori, E.M. González, J.V. Anguita, R. García and J.L. Vicent, *Science*, **302**, 1188 (2003).
- [2] Y. Togawa, K. Harada, T. Akashi, H. Kasai, T. Matsuda, F. Nori, A. Maeda and A. Tonomura, "Direct observation of rectified motion of vortices in a Niobium superconductor", *Phys. Rev. Lett.*, **95**, 087002 (2005).
- [3] C.C. de Souza Silva, A.V. Silhanek, J. Van der Vondel, W. Gillijns, V. Metlushko, B. Ilic and V.V. Moshchalkov, "Dipole-Induced vortex ratchets in superconducting films with arrays of micromagnets", *Phys. Rev. Lett.*, **98**, 117005 (2007).
- [4] M. Lange, M.J. Van Bael, Y. Bruynseraede and V.V. Moshchalkov, "Nanoengineered Magnetic-Field-Induced superconductivity", *Phys. Rev. Lett.*, **90**, 197006 (2003).
- [5] Z. Yang, M. Lange, A. Volodin, R. Szymczak and V.V. Moshchalkov, "Domain-wall superconductivity in superconductor-ferromagnet hybrids", *Nature Materials*, **3**, 793 (2004).
- [6] P.F. Carcia, A.D. Meinhaldt, A. Suna, "Perpendicular magnetic anisotropy in Pd/Co thin film layered structures", *Appl. Phys. Lett.*, **47**, 178 (1985).
- [7] W. Ford Doolittle, "Evolutionary biology: A ratchet for protein complexity", *Nature*, **481**, 270 (2012).
- [8] P. Tierno and T.M. Fischer, "Excluded volume causes integer and fractional plateaus in colloidal ratchet currents", *Phys. Rev. Lett.*, **112**, 048302 (2014).
- [9] A. Pérez-Junquera, V. I. Marconi, A. B. Kolton, L. M. Álvarez-Prado, Y. Souche, A. Alija, M. Vélez, J. V. Anguita, J. M. Alameda, J. I. Martín, and J. M. R. Parrondo, "Crossed-ratchet effects for magnetic domain Wall motion", *Phys. Rev. Lett.*, **100**, 037203 (2008).
- [10] R. Lavrijsen, J.H. Lee, A. Fernández-Pacheco, D.C.M.C. Petit, R. Mansell and R.P. Cowburn, "Magnetic Ratchet for three-dimensional spintronic memory and logic", *Nature*, **493**, 647 (2013).
- [11] C. Drexler, S.A. Tarasenko, P. Olbrich, J. Karch, M. Hirmer, F. Muller, M. Gmitra, J. Fabian, R. Yakimova, S. Lara-Avila, S. Kubatkin, M. Wang, R. Vajtai, P.M. Ajayan, J. Kono and S.D. Ganichev, "Magnetic quantum ratchet effect in graphene", *Nature Nanotechnology*, **8**, 104 (2013).
- [12] D. Perez de Lara, A. Alija, E.M. Gonzalez, M. Velez, J.I. Martin and J.L. Vicent, "Vortex ratchet reversal at fractional matching fields in a kagome-like array with symmetric pinning centers", *Phys. Rev. B*, **82**, 174503 (2010).

- [13] A. Gomez, E.M. Gonzalez and J.L. Vicent, "Superconducting vortex dynamics on arrays with bicrystal-like structures: matching and rectifier effects", *Supercond. Sci. Technol.*, **25**, 124006 (2012).
- [14] D. Perez de Lara, F.J. Castaño, B.G. Ng, H.S. Korner, R.K. Dumas, E.M. González, Kai Liu, C.A. Ross, Ivan K. Schuller and J.L. Vicent, "Rocking ratchet induced by pure magnetic potentials with broken reflection symmetry", *Phys. Rev. B*, **80**, 224510 (2009).
- [15] F. Montocello, L. Giovanini, F. Nizzoli, H. Tanigawa, T. Ono, G. Gubbiotti, M. Madami, S. Tacchi and G. Carloti, "Magnetization reversal and soft modes in nanorings: transitions between onion and vortex states studied by Brillouin light scattering", *Phys. Rev. B*, **78**, 104421 (2008).
- [16] L. Ruiz-Valdepeñas, M. Vélez, F. Valdés-Bango, L.M. Álvarez-Pradp, J.I. Martin, E. Navarro, J.M. Alameda and J.L. Vicent, "Double percolation effects and fractal behavior in magnetic/superconducting hybrids", *New. J. Phys.*, **15**, 103025 (2013).
- [17] R.B.G. Kramer, A.V. Silhanek, W. Gillijns and V.V. Moshchalkov, "Imaging the statics and dynamics of superconducting vortices and antivortices induced by magnetic microdisks", *Phys. Rev. X*, **1**, 021004 (2011).
- [18] A. Gomez, E.M. González, D.A. Gilbert, M.V. Milosevic, Kai Liu and J.L. Vicent, "Probing the dynamic response of antivortex, interstitial and trapped vortex lattices on magnetic periodic pinning potentials", *Supercond. Sci. Technol.*, **26**, 085018 (2013).
- [19] J.E. Villegas, N.O. Nunez, M.P. Gonzalez, E.M. Gonzalez, J.L. Vicent, "Experimental adiabatic vortex ratchet in Nb films with asymmetric pinning traps ", *Pramana*, **66**, 289 (2006).
- [20] D. Perez de Lara, M. Velez, A. Gomez, F. Galvez, A. Alija, M.A. Garcia, J.I. Martin, E.M. Gonzalez, and J.L. Vicent, "Vortex lattice motion in the flux creep regime on asymmetric pinning potentials", *Supercond. Sci. Technol.*, **26**, 035016 (2013).

En esta tesis se ha estudiado la dinámica de vórtices superconductores sometidos a potenciales mesoscópicos, profundizando en el papel que juegan las longitudes características del superconductor.

Se han estudiado dos tipos de sistemas con potenciales mesoscópicos de anclaje:

- En el capítulo 3 se trabajó con monocristales de $2H-NbSe_2$, en los cuales la superconductividad presenta propiedades anisótropas similares a los superconductores de alta temperatura. Este tipo de superconductores presenta una estructura laminar que puede generar un potencial de anclaje (*pinning*) si la longitud de coherencia es suficientemente pequeña.
- En los capítulos 4,5 y 6 se trabajó con películas delgadas de Nb, nanoestructuradas mediante técnicas de litografía, que permiten definir centros de anclaje del orden de las longitudes características. Usando diferentes geometrías, periodicidades y materiales en la red de centros de *pinning*, se han estudiado diversos fenómenos de competencia entre superconductividad, magnetismo, geometría y longitudes características.

Principales resultados durante esta tesis

- En el capítulo 3, se estudió la dinámica de vórtices en monocristales de $NbSe_2$, moviéndolos en diversas direcciones para cada orientación del campo magnético. Para ello se realizaron medidas V-I variando el ángulo θ formado por el campo magnético y los planos de $NbSe_2$, así como variando el ángulo φ formado por el campo y la corriente, utilizando distintas configuraciones de contactos.
Se observó que la corriente crítica presentaba un máximo suavizado en torno a $\theta=0$. Las curvas $I_c(\theta)$ obtenidas a distintos campos pueden escalarse a una sola curva en función de $H/H_{c2}(\theta)$, sin observarse singularidades en torno a $\theta=0$. Esto descarta la presencia de *pinning* intrínseco cuando el campo es paralelo a los planos de $NbSe_2$: la longitud coherente ξ_C es demasiado grande en comparación con la separación entre planos, impidiendo una depresión apreciable del parámetro de orden.

Por otro lado, se estudió el estado dinámico en configuraciones libres de fuerza, cuando H e I son paralelos y por tanto $F_{Lorentz} = 0$. La componente paralela de la corriente puede producir inestabilidades helicoidales que inicien procesos de corte de vórtices, causando disipación. Se estudió la dependencia de la corriente crítica con el ángulo φ formado por H e I , comprobando que se ajusta al modelo elíptico del estado crítico, que tiene en cuenta la disipación generada tanto por desplazamientos como por corte de vórtices.

En el estado dinámico, se observó una transición gradual en la dependencia de V con I al variar φ , pasando de un comportamiento lineal cuando H e I son perpendiculares (desplazamiento de vórtices), a uno de tipo exponencial cuando son paralelos (procesos de corte de vórtices).

- En el capítulo 4 se estudiaron diversos mecanismos de *pinning* de vórtices en películas superconductoras, así como efectos de interacción entre geometría y longitudes características. El capítulo se dividió en tres secciones:
 - Se estudiaron las propiedades de transporte en películas nanoestructuradas, muy cerca de T_c , cuando la longitud coherente se vuelve del orden de la separación entre centros de anclaje. Trabajos previos habían mostrado que es posible observar una transición a un régimen de red de hilos superconductores (SWN), y que las oscilaciones en magnetorresistencia podrían tener su origen en la existencia de este régimen. Comparando tres muestras con distintos mecanismos de anclaje (dots de Cu, dots de Si y dots de Co/Pd), se observó que el efecto de proximidad es el más importante para inducir un régimen SWN. Asimismo, se comprobó el pinning de vórtices juega un papel primordial en las propiedades de transporte en todo el rango de temperaturas, hasta T_c .
 - Se compararon las propiedades de anclaje de películas de Nb nanoestructuradas con dots magnéticos (Py) y no magnéticos (Cu). Mientras que el carácter magnético resulta en un mejor *pinning* de vórtices a campos bajos, a campos altos la situación es la contraria. El campo de fuga en el exterior de los dots reduce la longitud de penetración efectiva, haciendo la interacción con los vórtices intersticiales más intensa, pero de más corto alcance. Si la separación entre dots magnéticos es mayor que la longitud coherente, esto se traduce en peores propiedades de anclaje a campos altos.

- Finalmente, se estudiaron las propiedades de transporte de una película de Nb con dots de Ni de 160 nm de altura. La anisotropía de forma crea una irreversibilidad en las propiedades magnéticas que se ve reflejada de manera directa en las propiedades superconductoras.
- En el capítulo 5 se estudiaron distintas fases de vórtices y la evolución de las longitudes de correlación en películas de Nb nanoestructuradas con dots de Cu. En todos los casos se realizaron medidas V-I para determinar la temperatura (T_G) a la cual se produce un cambio de tendencia, de comportamiento óhmico (característico del líquido de vórtices) a no-disipativo (correspondiente al vidrio de vórtices).
Se comenzó analizando una muestra con un array cuadrado de dots, en la que, mediante escalado de las curvas V-I, se comprobó la existencia de una transición vidrio-líquido de vórtices en un rango amplio de campos magnéticos.
Con el fin de estudiar el efecto de la anisotropía de la red en la transición vítrea se analizaron dos muestras con redes rectangulares de dots (400x600 nm y 400x800 nm). En ellas se observó que T_G es diferente según la dirección de medida, lo que indica que durante un rango de temperaturas el comportamiento es óhmico en una dirección y no disipativo en la otra. Esto, unido a la imposibilidad de escalar los datos, indica la presencia de una fase esméctica (inducida de manera artificial) en la que las correlaciones se han perdido en una dirección pero se mantienen en la otra. Esta fase desaparece al aumentar el campo, cuando se recupera de nuevo la transición vidrio-líquido de vórtices y el escalado es de nuevo posible.
Sin embargo, esta fase esméctica no se observa en películas con centros de anclaje dispuestos con orden esméctico. Se han analizado los potenciales de anclaje generados por las distintas geometrías de dots, observándose que en este último caso, el desorden a lo largo de una dirección se propaga a la otra, frustrando la aparición de la fase esméctica de vórtices.
- Finalmente, en el capítulo 6 se estudia la dinámica de redes de vórtice-antivórtice sometidas a potenciales asimétricos de anclaje. Utilizando triángulos de multicapas de Co/Pd (con fuerte anisotropía magnética fuera del plano), es posible crear campos de fuga lo suficientemente intensos como para crear pares vórtice antivórtice sin campo externo aplicado. Ello permite observar efectos de rectificación (*ratchet*) para $H=0$, cuya polaridad se puede invertir aplicando un campo externo.

De la misma manera, variando el estado magnético de los triángulos es posible controlar la polaridad e intensidad de este efecto de *ratchet*, incluso hacerlo desaparecer, lo que hace este sistema candidato a aplicaciones como memoria de tres estados. Se ha observado que el estado desimanado es de particular interés: la disposición aleatoria de los dominios no sólo suprime el ratchet, sino que genera un potencial de *pinning* desordenado que destruye el efecto de conmensurabilidad. De esta manera el orden puede “encenderse” o “apagarse” controlando las propiedades magnéticas.

Publicaciones

- A. Gómez, J. del Valle, E.M. González, C.E. Chillote, S.J. Carreira, V. Bekeris, J.L. Prieto, Ivan K. Schuller and J.L. Vicent, “Vortex pinning vs superconducting wire network: origin of periodic oscillations induced by applied magnetic fields in superconducting films with arrays of nanomagnets”, *Superconductor Science and Technology*, **27**, 065017 (2014)
- A.J. Moreno, C.E. Chillote, G. Pasquini, V. Bekeris, A. Gómez, J. del Valle, E.M. González, J.L. Prieto and J.L. Vicent, “Anomalies in vortex lattice dynamics driven by induced ac currents in superconducting films with magnetic arrays of two-fold symmetry”, *Superconductor Science and Technology*, **28**, 015001(2014)
- J. del Valle, A. Gómez, E.M. González, M.R. Osorio, F. Gálvez, D. Granados and J.L. Vicent, “Experimental realization of smectic phase in vortex matter induced by symmetric potentials arranged in two-fold symmetry arrays”, *New Journal of Physics*, **17**, 093022 (2015)
- J del Valle, A. Gómez, E.M. González, M.R. Osorio, D. Granados and J.L. Vicent, “Superconducting/Magnetic three-state nanodevice for memory and reading applications”, *Scientific Reports*, **5**, 15210 (2015)